



## **TUGAS AKHIR – TL141584**

# **ANALISA PENGARUH VARIASI WAKTU TAHAN TERHADAP KADAR Ni DAN Fe SERTA MORFOLOGI PADA PROSES REDUKSI BIJIH NIKEL LATERIT LIMONIT MENGGUNAKAN *BED* BATUBARA – DOLOMIT**

Ridwan Bagus Yuwandono  
NRP 2713 100 038

Dosen Pembimbing :  
Sungging Pintowantoro, Ph.D  
Fakhreza Abdul, S.T., M.T

Departemen Teknik Material dan Metalurgi  
Fakultas Teknologi Industri  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya  
2017





**TUGAS AKHIR – TL141584**

**ANALISIS PENGARUH VARIASI WAKTU TAHAN  
TERHADAP KADAR Ni DAN Fe SERTA  
MORFOLOGI PADA PROSES REDUKSI BIJIH  
NIKEL LATERIT LIMONIT MENGGUNAKAN *BED*  
BATUBARA – DOLOMIT**

Ridwan Bagus Yuwandono  
NRP 2713 100 038

Dosen Pembimbing :  
Sungging Pintowantoro, Ph.D  
Fakhreza Abdul, S.T., M.T

JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI  
Fakultas Teknologi Industri  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya  
2017

*Halaman ini sengaja dikosongkan*



**FINAL PROJECT – TL141584**

**ANALYSIS OF HOLDING TIME VARIATIONS TO  
Ni AND Fe GRADES AND THE MORPHOLOGY IN  
NICKEL LATERITE LIMONITIC REDUCTION  
PROCESS BY USING COAL – DOLOMITE BED**

Ridwan Bagus Yuwandono  
NRP 2713 100 038

Advisor :

Sungging Pintowantoro, Ph.D  
Fakhreza Abdul, S.T., M.T

Department of Materials and Metallurgical Engineering  
Faculty Of Industrial Technology  
Sepuluh Nopember Institute of Technology  
Surabaya  
2017

*Halaman ini sengaja dikosongkan*

**ANALISA PENGARUH VARIASI WAKTU TAHAN  
TERHADAP KADAR Ni DAN Fe SERTA MORFOLOGI  
PADA PROSES REDUKSI BIJIH NIKEL LATERIT  
LIMONIT MENGGUNAKAN *BED* BATU BARA -  
DOLOMIT**

**TUGAS AKHIR**

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat  
Memperoleh Gelar Sarjana Teknik  
pada  
Bidang Studi Metalurgi Ekstraksi  
Program Studi S-1 Departemen Teknik Material dan Metalurgi  
Fakultas Teknologi Industri  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :  
**RIDWAN BAGUS YUWANDONO**  
NRP. 2713 100 038

Disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir :

Sungging Pintowantoro, ST., MT., Ph.D. .... (Pembimbing I)

Fakhreza Abdul, S.T., M.T. .... (Pembimbing II)



*Halaman ini sengaja dikosongkan*



**ANALISIS PENGARUH VARIASI WAKTU TAHAN  
TERHADAP KADAR Ni DAN Fe SERTA MORFOLOGI  
PADA PROSES REDUKSI BIJIH NIKEL LATERIT  
LIMONIT MENGGUNAKAN BED BATUBARA –  
DOLOMIT**

**Nama Mahasiswa** : Ridwan Bagus Yuwandono  
**NRP** : 2713 100 038  
**Dosen Pembimbing** : Sungging Pintowantoro, Ph.D  
**Co-Pembimbing** : Fakhreza Abdul, S.T., M.T

**ABSTRAK**

*Dengan semakin menurunnya cadangan bijih nikel sulfida saat ini, perhatian mengenai pengolahan bijih nikel laterit semakin meningkat dalam upaya untuk memenuhi kebutuhan nikel yang semakin meningkat. Pengolahan nikel laterit dengan cara reduksi menggunakan karbon terbukti dapat menghasilkan paduan feronikel dengan kadar tinggi. Penelitian ini dilakukan dengan mereduksi bijih nikel laterit kadar rendah (limonit) dengan kadar nikel 1,25%. Proses reduksi dilakukan dengan menggunakan gas CO hasil reaksi antara batubara dan dolomit. Pembentukan briket campuran bijih limonit, batubara, dan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  yang dimasukkan pada crucible bed bersama dengan dolomit yang kemudian direduksi pada temperatur 1400 °C dengan variasi waktu tahan 4, 6, dan 8 jam. Pengujian EDX, XRD, dan SEM dilakukan untuk mengetahui kadar Ni dan Fe hasil reduksi fasa- fasa yang terbentuk dan morfologi pada hasil reduksi. Dari hasil reduksi didapatkan bahwa peningkatan kadar Ni tertinggi didapat dengan waktu tahan 8 jam dengan peningkatan 5,84 % ,dan recovery Ni yang paling tinggi didapatkan dengan waktu tahan 6 jam sebesar 88,51 %. Sedangkan peningkatan kadar Fe tertinggi didapat dengan waktu tahan 4 jam dengan peningkatan 24,7%, dan recovery Fe paling tinggi didapat dengan waktu tahan 4 jam sebesar 85,41%*

**Kata kunci : Bijih limonit, Reduksi, Waktu tahan, Crucible Bed**

*Halaman ini sengaja dikosongkan*

**ANALYSIS OF HOLDING TIME VARIATIONS TO Ni  
AND Fe GRADES AND THE MORPHOLOGY IN NICKEL  
LATERITE LIMONITIC REDUCTION PROCESS BY  
USING COAL – DOLOMITE BED**

**Name : Ridwan Bagus Yuwandono**  
**SRN : 2713 100 038**  
**Advisor : Sungging Pintowantoro, Ph.D**  
**Co-Advisor : Fakhreza Abdul, S.T., M.T**

**ABSTRACT**

*With the depletion of nickel sulfide ore resources, the nickel laterite processing become an attention to fulfill nickel world demands. Processing laterite nickel by using a low cost carbonaceous reductant has proved to produce high grade ferronickel alloy. This research reduction was carried out to low grade laterite nickel (limonite) with 1,25% nickel grade by using CO gas reductant formed by reaction between coal and dolomite. Reduction process preceded by forming bricks mixture from limonite ore, coal, and  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , then the bricks placed inside crucible bed together with dolomite and reduced at temperature 1400 °C with holding time variations 4, 6, and 8 hours. EDX, XRD, and SEM test were carried out to find out the Ni and nickel grade after reduced, the phases that formed, and the morphology bricks after reduced. The reduction results shows that the highest increase on nickel grade was obtained by 8 hours holding time increasing 5,84 % from initial grade, and the highest recovery was obtained by 6 hours holding time with recovery 88,51 %. While the highest increase on Fe grade was obtained by 4 hours holding time, and the highest recovery Fe was obtained by 4 hours holding time with recovery 85,41%.*

**Keywords : Nickel Limonitic, Reduction, Holding time, Crucible Bed**

*Halaman ini sengaja dikosongkan*

## KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wr. Wb.

Puji dan syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT, karena Rahmat dan Hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir yang berjudul: **“Analisa Pengaruh Variasi Waktu Tahan Terhadap Kadar Ni dan Fe Serta Morfologi Pada Proses Reduksi Bijih Nikel Laterit Limonit Menggunakan Bed Batu Bara – Dolomit”**. Adapun tugas akhir ini disusun dan diajukan untuk memenuhi sebagian persyaratan studi di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI – Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS), Surabaya.

Penulis berharap dengan penelitian ini dapat bermanfaat untuk kedepannya , khususnya bagi mahasiswa yang ingin melakukan penelitian tentang proses pengolahan bijih nikel laterit. Selain itu penelitian ini juga diharapkan memberikan kontribusi untuk Indonesia dalam upaya memberikan sedikit gambaran untuk proses pengolahan nikel laterit di Indonesia sehingga Indonesia mampu mengolah sumber daya nikel dengan optimal.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan ini masih jauh dari kesempurnaan, oleh karena adanya keterbatasan kemampuan penulis. Sehingga pastinya dalam penulisan tugas akhir ini masih terdapat kekurangan dan kesalahan. Untuk itu, saran dan kritik yang konstruktif sangat diharapkan.

Wassalamu'alaikum Wr. Wb

Surabaya, Juli 2017

Penulis,  
Ridwan Bagus Yuwandono

*Halaman ini sengaja dikosongkan*

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL.....</b>	<b>i</b>
<b>LEMBAR PENGESAHAN.....</b>	<b>v</b>
<b>ABSTRAK.....</b>	<b>vii</b>
<b>KATA PENGANTAR .....</b>	<b>xi</b>
<b>DAFTAR ISI.....</b>	<b>xiii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR .....</b>	<b>xvii</b>
<b>DAFTAR TABEL.....</b>	<b>xix</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	4
1.3 Batasan Masalah.....	4
1.4 Tujuan Penelitian.....	5
1.5 Manfaat Penelitian.....	5
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Laterite Nikel.....	7
2.2 Proses Pengolahan Bijih Nikel Laterit .....	9
2.3 Batu Bara.....	11
2.4 Dolomit .....	14
2.5 <i>Selective Agent</i> .....	15
2.6 Pembriketan Bijih Nikel Laterit .....	16
2.7 Termodinamika Reduksi Nikel Laterit .....	20
2.8 Diagram Boudouard .....	24
2.9 Kinetika Reduksi Ore .....	26
2.10 Penelitian Mengenai Bijih Nikel Laterit Sebelumnya...	28

### **BAB III METODE PENELITIAN**

3.1	Diagram Alir Penelitian.....	33
3.2	Bahan Penelitian.....	34
3.3	Peralatan Penelitian .....	38
3.4	Pelaksanaan Penelitian .....	42
3.5	Pengujian Penelitian .....	44
3.6	Neraca Massa Briket Nikel Laterit .....	49
3.7	Rancangan Penelitian .....	51

### **BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN**

4.1	Karakteristik Bijih Nikel Laterit Limonit.....	53
4.2	Karakteristik Batubara.....	54
4.3	Karakteristik Batu Kapur (Dolomit).....	56
4.4	Pengaruh Variasi Waktu Tahan Terhadap Komposisi Unsur pada Briket Hasil Reduksi .....	58
4.5	Pengaruh Variasi Waktu Tahan Terhadap Kadar Unsur Ni pada Briket Hasil Reduksi .....	59
4.6	Pengaruh Waktu Tahan Terhadap Kadar Unsur Fe pada Briket Hasil Reduksi.....	61
4.7	Pengaruh Waktu Tahan Terhadap Fasa yang Terbentuk dalam Briket Hasil Reduksi.....	63
4.8	Pengaruh Waktu Tahan Terhadap <i>Recovery</i> dari Fe dan Ni Hasil Proses Reduksi .....	70
4.9	Pengaruh Waktu Tahan Terhadap Faktor Selektivitas Hasil Proses Reduksi .....	74
4.10	Pengaruh Variasi Waktu Tahan Terhadap Morfologi Hasil Proses Reduksi .....	75



## **BAB V KESIMPULAN DAN SARAN**

5.1 Kesimpulan..... 79

5.2 Saran..... 79

**DAFTAR PUSTAKA .....xxi**

## **LAMPIRAN**

## **BIODATA PENULIS**

*Halaman ini sengaja dikosongkan*

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar 2. 1</b> Bijih Nikel Laterite .....	8
<b>Gambar 2. 2</b> Profil Lapisan Nikel Laterit Beserta Komposisinya9	
<b>Gambar 2. 3</b> Diagram Ekstraksi Nikel dan <i>Ferronickel</i> .....	11
<b>Gambar 2. 4</b> Batu bara .....	12
<b>Gambar 2. 5</b> Dolomit .....	15
<b>Gambar 2. 6</b> Bentuk Briket .....	17
<b>Gambar 2. 7</b> Diagram Ellingham .....	21
<b>Gambar 2. 8</b> Diagram Glassner – Boudouard .....	25
<b>Gambar 2. 9</b> Garis Besar Mekanisme Reduksi Mineral Berpori27	
<b>Gambar 3. 1</b> Diagram alir penelitian.....	34
<b>Gambar 3. 2</b> Bijih Nikel Laterit .....	35
<b>Gambar 3. 3</b> Batu Bara .....	35
<b>Gambar 3. 4</b> Batu Kapur .....	36
<b>Gambar 3. 5</b> Serbuk Natrium Sulfat .....	36
<b>Gambar 3. 6</b> Serbuk Kanji .....	37
<b>Gambar 3. 7</b> LPG .....	37
<b>Gambar 3. 8</b> Alat Kompaksi .....	38
<b>Gambar 3. 9</b> <i>Muffle Furnace</i> .....	39
<b>Gambar 3. 10</b> Timbangan Digital .....	39
<b>Gambar 3. 11</b> Ayakan .....	40
<b>Gambar 3. 12</b> <i>Thermocouple</i> .....	40
<b>Gambar 3. 13</b> <i>Blower</i> .....	41
<b>Gambar 3. 14</b> Oven .....	41
<b>Gambar 3. 15</b> Alat Tumbuk .....	42
<b>Gambar 3. 16</b> Penempatan Briket Pada <i>Crucible</i> .....	43
<b>Gambar 3. 17</b> XRD <i>PAN Analytical</i> .....	44
<b>Gambar 3. 18</b> SEM-EDX.....	45
<b>Gambar 4.1</b> Hasil Pengujian XRD Bijih Nikel Laterit Limonit.53	
<b>Gambar 4.2</b> Hasil Pengujian XRD Batu Kapur.....	57
<b>Gambar 4.3</b> Pengaruh Variasi Waktu Tahan Terhadap Kadar Ni pada Briket Hasil Proses Reduksi .....	59

<b>Gambar 4.4</b> Pengaruh Variasi Waktu Tahan Terhadap Kadar Fe pada Briket Hasil Proses Reduksi .....	61
<b>Gambar 4.5</b> Hasil Pengujian XRD pada Metal Hasil Proses Reduksi Waktu Tahan .....	64
<b>Gambar 4.6</b> Hasil Pengujian XRD pada Serbuk Hasil Proses Reduksi Waktu Tahan .....	67
<b>Gambar 4.7</b> Grafik <i>Recovery</i> Ni Setelah Proses Reduksi .....	72
<b>Gambar 4.8</b> Grafik <i>Recovery</i> Fe Setelah Proses Reduksi .....	73
<b>Gambar 4.9</b> Nilai Faktor Selektivitas Hasil Proses Reduksi .....	75
<b>Gambar 4.10</b> Gambar Morfologi Hasil Proses Reduksi dengan Variasi Waktu Tahan .....	76

## DAFTAR TABEL

<b>Tabel 2.1</b> Tipikal Kandungan Setiap Jenis Batu Bara .....	13
<b>Tabel 3.1</b> Target Proses reduksi Nikel Laterit .....	49
<b>Tabel 3.2</b> Perbandingan Komposisi Briket .....	50
<b>Tabel 3.3</b> Kadar Fe dan Ni pada Briket Sebelum Reduksi .....	50
<b>Tabel 3.4</b> Rancangan Penelitian .....	51
<b>Tabel 3.5</b> Jadwal Penelitian .....	51
<b>Tabel 4.1</b> Hasil Pengujian EDX bijih nikel laterit limonit.....	54
<b>Tabel 4.2</b> Hasil Pengujian <i>Proximate Analysis</i> Batubara .....	55
<b>Tabel 4.3</b> Komposisi <i>Mineral Matter</i> Batu Bara .....	56
<b>Tabel 4.4</b> Hasil Pengujian EDX batu kapur.....	58
<b>Tabel 4.5</b> Target Proses reduksi Nikel Laterit .....	49
<b>Tabel 4.6</b> Perbandingan Komposisi Briket .....	50
<b>Tabel 4.7</b> Kadar Fe dan Ni pada Briket Sebelum Reduksi .....	50
<b>Tabel 4.8</b> Komposisi Unsur Setelah Proses Reduksi .....	59
<b>Tabel 4.9</b> Identifikasi Fasa pada Metal Hasil Proses Reduksi ....	64
<b>Tabel 4.10</b> Identifikasi Fasa pada Serbuk Hasil Proses Reduksi .....	67
<b>Tabel 4.11</b> Perhitungan <i>Recovery</i> Nikel Hasil Reduksi.....	71
<b>Tabel 4.12</b> Perhitungan Massa dan <i>Recovery</i> Fe Hasil Reduksi .....	73
<b>Tabel 4.13</b> Perbandingan <i>Selectivity Factor</i> Penelitian Lain.....	75

*Halaman ini sengaja dikosongkan*



## BAB I PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Nikel adalah salah satu logam paling penting dan banyak digunakan dalam berbagai aplikasi industri dan kehidupan sehari-hari. Penggunaan nikel saat ini 60% digunakan sebagai bahan baku *stainless steel*, sebanyak 14 % digunakan sebagai paduan nikel (*superalloy*), sisanya nikel digunakan sebagai material elektroplating, bahan pengecoran, baterai, dan katalis. Penggunaan nikel yang sangat luas dikarenakan sifatnya yang tahan korosi dan tahan pada temperatur tinggi (Barkas J.,2010). Pada dasarnya produksi berasal dari 2 tipe bijih yaitu laterit dan sulfida. Cadangan bijih nikel yang tersedia di dunia sekitar 70 % adalah bijih nikel laterit sedangkan 30% nya adalah bijih sulfida. Namun penggunaan bijih laterit hanya sebesar 40% sementara penggunaan bijih sulfida sebesar 60%. Hal ini dikarenakan bijih sulfida kandungan nikelnya relatif lebih tinggi yaitu sebesar 1,5 - 4,0% sedangkan bijih laterite maksimal hanya mengandung nikel sebesar 0,5-2,0 %, dengan kandungan nikel yang lebih tinggi menyebabkan bijih sulfida mudah untuk diolah dan membutuhkan lebih sedikit energi (Crudwell ,2011).

Dengan penggunaan yang tinggi pada bijih sulfida mengakibatkan menurunnya jumlah cadangan bijih sulfida. Mengingat bahwa dunia terus membutuhkan logam nikel, dan sebagian besar menggunakan secara massal yang membatasi tingkat daur ulang, pergeseran pengolahan nikel dari bijih sulfida ke bijih laterit di industri nikel global pasti akan terjadi (Gavin,2009). Dengan terus menerus menipisnya bijih nikel kadar tinggi (sulfida) seperti *millerite* dan *niccolite*, bijih nikel laterit akan menjadi sumber utama untuk produksi logam nikel. Oleh karena itu, beberapa penelitian dikembangkan untuk mengoptimalkan ekstraksi nikel dari bijih nikel laterit.

Bijih nikel laterit merupakan bijih dari hasil pelapukan jangka panjang batuan ultrabasa mengandung magnesium dan mineral besi silikat. Selama proses pelapukan, Mg dan Fe dalam



kisi silikat yang sebagian akan digantikan oleh Ni secara bertahap. Secara umum bijih nikel laterit dibagi menjadi dua yaitu limonit dan saprolit. Bijih nikel limonit terjadi pada lapisan atas dari deposit laterit dan terutama terdiri dari *goethite* [ $\text{FeO}(\text{OH})$ ]. Lapisan ini biasanya memiliki 0,5%-1,7% nikel, 40%-60% besi dan silika rendah ( $< 20\%$ ) dan magnesium ( $< 10\%$ ). Sedangkan pada bijih saprolitik terdapat pada lapisan bawah laterit, dipisahkan oleh lapisan menengah dari tanah liat smektit. Lapisan bawah ini ditandai dengan kandungan nikel yang lebih tinggi (1,5% hingga 3%), kadar besi rendah ( $< 30\%$ ) dan kandungan magnesium silikat secara signifikan lebih tinggi.

Pada pembentukan bijih limonit, nikel menggantikan besi dalam kisi besi hidroksida kristal ( $(\text{Fe}, \text{Ni})\text{O} \cdot \text{OH}$ ), sedangkan di saprolit, baik nikel dan besi menggantikan magnesium sebagai bagian dari berbagai mineral magnesium silikat, seperti *garnierite*,  $(\text{Mg}, \text{Fe}, \text{Ni})_3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$  (Foose, 1991). Bijih nikel laterit biasanya terdapat di daerah tropis atau sub-tropis yang terdiri dari pelapukan batuan ultramafik yang mengandung zat besi dan magnesium dalam tingkat tinggi. Deposit tersebut biasanya menunjukkan lapisan yang berbeda karena kondisi cuaca (Astuti dkk., 2012). Sebagai negara tropis potensi nikel di Indonesia termasuk cukup besar didunia karena tercatat sebagai negara ketiga yang mempunyai cadangan laterit setelah New Caledonia dan Filipina. Terindikasi cadangan sebanyak 1,58 juta ton laterit dari total sumber daya 25 juta ton, yang terkonsentrasi di pulau Sulawesi, Maluku dan Papua (Siti Rochani, 2013). Dengan sumber daya mineral nikel yang cukup tinggi akan menjadikan tantangan bagi Indonesia untuk memanfaatkan sumber daya nikel yang ada. Terlebih lagi sesuai Undang-Undang No. 4/2009 tentang Mineral dan Batu Bara tentang pengolahan mineral dan batu bara dilakukan di Indonesia maka akan membutuhkan sumberdaya manusia yang lebih baik dan teknologi yang mumpuni untuk dapat mengolah sumber daya alam Indonesia, khususnya bijih nikel untuk kemajuan bangsa.

Bijih nikel laterit limonit terletak pada lapisan atas yang didominasi oleh *goethite* [ $\text{FeO}(\text{OH})$ ] dan *hematit* ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ). Karena





kandungan nikel yang rendah kurang dari 1,2% menyebabkan bijih nikel laterit limonit jarang digunakan dikarenakan prosesnya peningkatan kadar nikel yang sulit dan kurang ekonomis. Pada proses ekstraksi nikel laterit saat ini banyak digunakan bijih laterit saprolit karena kandungan nikelnya yang lebih tinggi. Dengan banyaknya penggunaan bijih nikel laterit saprolit, menyebabkan banyaknya cadangan bijih nikel limonit yang tidak diolah sehingga menyebabkan harganya relatif murah. Berbagai penelitian dilakukan untuk menemukan proses yang ekonomis untuk mengolah nikel laterit limonit. Salah satu cara mengolah bijih limonit saat ini dilakukan dengan proses *hidrometalurgi*, khususnya *High Pressure Acid Leaching (HPAL)* (Whittington and Muir, 2000; Kyle, 2010). Sejumlah proses ini telah dikembangkan pada skala industri, tetapi masih gagal untuk mencapai tingkat produksi yang memuaskan dan biaya operasi tinggi (King, 2005; Kyle, 2010; Oxley and Barcza, 2013).

Proses reduksi merupakan salah satu cara untuk meningkatkan kandungan mineral Ni pada bijih nikel laterit limonit dengan cara mereduksi bijih sehingga terjadi reaksi kimia dan telah terjadi beberapa reaksi reduksi pada bijih seperti reduksi  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  dan reduksi NiO menjadi Ni kemudian dilakukan pemisahan magnetik sehingga menyebabkan kandungan Ni nya meningkat. Menurut Li Bo (2011) proses reduksi bijih nikel laterit dipengaruhi oleh perbandingan kandungan gas CO dan  $\text{CO}_2$  pada atmosfer reduksi, dengan kandungan CO yang lebih tinggi akan menyebabkan reduksi semakin baik. Gas CO dan  $\text{CO}_2$  pada atmosfer reduksi didapat dari penambahan batubara dan dolomit pada proses reduksi. Penambahan batubara dan dolomit dalam *crucible (bed)* dilakukan untuk mengontrol kandungan CO dan  $\text{CO}_2$ . Selain itu penambahan *selective agent* seperti  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  dapat meningkatkan selektivitas dan ukuran partikel feronikel yang terbentuk (Harris, 2012). Proses aglomerasi pada bijih nikel laterit akan menyebabkan terbentuknya permeabilitas yang baik yang berguna pada proses reduksi.

Banyak faktor faktor lain yang dapat mempengaruhi peningkatan kadar Ni pada proses reduksi bijih nikel laterit jenis



limonit seperti temperatur, batu bara, *fluks*, *selective agent* dan masih banyak lagi. Waktu tahan juga berpengaruh pada proses reduksi bijih nikel laterit limonit. Lamanya waktu tahan akan berkaitan dengan kuantitas reaksi reduksi dan juga berpengaruh pada mekanisme proses reduksi yang terjadi. Oleh karena itu dengan menentukan waktu tahan yang tepat dapat diketahui berapa waktu yang diperlukan sehingga proses peningkatan kadar nikel optimal pada proses reduksi, sehingga memudahkan proses peningkatan Ni selanjutnya yaitu proses *smelting* dan didapatkan kandungan nikel yang lebih tinggi pada produk akhir setelah *smelting*.

## 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan penjelasan pada latar belakang di atas, maka rumusan masalah dalam penelitian ini yaitu:

1. Bagaimana pengaruh variasi waktu tahan pada proses reduksi karbotermik bijih nikel laterit limonit terhadap kadar Ni dan Fe yang dihasilkan menggunakan *bed* batubara-dolomit ?
2. Bagaimana pengaruh variasi waktu tahan pada proses reduksi karbotermik bijih nikel laterit limonit terhadap *recovery* logam nikel menggunakan *bed* batubara-dolomit ?
3. Bagaimana pengaruh variasi waktu tahan pada proses proses reduksi karbotermik bijih nikel laterit limonit terhadap morfologi produk hasil reduksi ?

## 1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bijih nikel yang digunakan adalah mineral laterit dari Sulawesi Tenggara.
2. Jenis dan komposisi bijih laterit, batu bara dan *fluks* yang digunakan diasumsikan sama dan homogen.
3. Batu bara yang digunakan berupa jenis sub-bituminus dari Binuang, Kalimantan Selatan.
4. Tekanan kompaksi yang diberikan dianggap homogen.



5. Kanji digunakan sebagai pengikat dan pengaruh dari reaksi kanji diabaikan.
6. Permeabilitas dan porositas diasumsikan homogen.
7. Energi panas yang digunakan pada proses reduksi berasal dari *furnace*. Energi panas pembakaran batu bara tidak dipertimbangkan.
8. Temperatur operasi reduksi diasumsikan sama.

#### **1.4 Tujuan Penelitian**

Tujuan penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Menganalisa pengaruh variasi waktu tahan pada proses reduksi karbotermik bijih nikel laterit limonit terhadap kadar Ni dan Fe yang dihasilkan menggunakan *bed* batubara-dolomit
2. Menganalisa pengaruh variasi waktu tahan pada proses reduksi karbotermik bijih nikel laterit limonit terhadap *recovery* logam nikel menggunakan *bed* batubara-dolomit
3. Menganalisa pengaruh variasi waktu tahan pada proses proses reduksi karbotermik bijih nikel laterit limonit terhadap morfologi produk hasil reduksi

#### **1.5 Manfaat Penelitian**

Penelitian ini memiliki manfaat yaitu untuk memberikan informasi empiris dari parameter proses (variasi waktu *holding*) yang tepat sehingga meningkatkan kadar Ni dan Fe yang optimal pada proses reduksi karbotermik bijih nikel laterit limonit sehingga memudahkan dan meningkatkan keekonomisan proses pengolahan selanjutnya pada proses *smelting* .



*Halaman ini sengaja dikosongkan*



## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Laterite Nikel

Nikel adalah unsur kimia metalik dalam tabel periodik yang memiliki simbol Ni dan nomor atom 28 yang memiliki massa jenis  $8.90 \text{ gr.cm}^{-3}$  dan titik lebur  $1453^{\circ}\text{C}$ . Nikel adalah salah satu logam paling penting dan banyak digunakan dalam berbagai aplikasi industri dan kehidupan sehari-hari seperti paduan nikel, *elektroplating*, baterai dan penggunaan paling banyak adalah sebagai baja tahan karat (*stainless steel*), yang banyak diaplikasikan pada peralatan dapur (sendok, dan peralatan memasak), ornamen-ornamen rumah dan gedung, serta komponen industri. Dalam keadaan murni, nikel bersifat lembek, tetapi jika dipadukan dengan besi, krom, dan logam lainnya, dapat membentuk baja tahan karat yang keras. Nikel mempunyai sifat tahan karat, konduktivitas panas dan listrik yang relatif rendah, dan tahan pada temperatur tinggi (Barkas J, 2010).

Pada dasarnya produksi berasal dari 2 tipe ore yaitu laterit dan sulfida dan 70 % yang tersedia di dunia adalah ore laterit sedangkan 30% nya adalah ore sulfida. Namun penggunaan ore laterit hanya sebesar 40% sementara penggunaan ore sulfida sebesar 60%. Hal ini dikarenakan ore sulfida kandungannya relatif lebih tinggi yaitu sebesar 0,5- 8,0% sedangkan ore laterite maksimal hanya mengandung nikel sebesar 1,0-2,0 % , (Crudwell, 2011). Laterit merupakan hasil proses pelapukan dan pengkayaan batuan *mafic/utramafic* di daerah tropis, oleh karena itu komposisi kimia dan mineraloginya berbeda antara satu endapan dengan endapan lainnya. Nikel dalam bijih nikel laterit berasosiasi dengan besi oksida dan mineral silikat sebagai hasil substitusi *isomorphous* unsur besi dan magnesium dalam struktur kristalnya, sehingga secara kimia dan fisik, bijih nikel laterit dapat digolongkan menjadi dua jenis yaitu bijih jenis saprolit (*silikat/hidro silikat*) dan jenis limonit (oksida/hidroksida) (Subagja, 2016)



Bijih nikel laterit seperti pada Gambar 2.1 biasanya terdapat di daerah tropis atau sub-tropis yang mengandung zat besi dan magnesium dalam tingkat tinggi. Deposit tersebut biasanya menunjukkan lapisan yang berbeda karena kondisi cuaca. Lapisan pertama adalah lapisan yang kaya silika dan yang kedua adalah lapisan limonit didominasi oleh *goethite* [ $\text{FeO}(\text{OH})$ ] dan *hematit* ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ). Lapisan berikutnya adalah *saprolit* [ $(\text{Ni}, \text{Mg})\text{SiO}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ] yaitu lapisan yang kaya magnesium dan elemen basal. Lapisan terakhir adalah batuan dasar yang berubah dan tidak berubah. Antara lapisan saprolit dan limonit biasanya ada lapisan transisi yang kaya magnesium (10-20% Mg) dengan besi yang disebut *serpentine* [ $\text{Mg}_3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})$ ]. Profil dari lapisan nikel laterit ditunjukkan pada Gambar 2.2. Untuk deposit laterit yang ideal, lapisan limonit sangat tidak cocok untuk ditingkatkan kadarnya nikelnya, sedangkan peningkatan kadar untuk lapisan saprolit juga terbatas untuk peningkatan konsentrasi nikel. Hal ini merupakan perbedaan utama antara bijih laterit dan bijih sulfida yang dapat dibenefisi dari 10% menjadi 28% (Yildirim, Morcali, Turan, & Yucel, 2013).



**Gambar 2. 1** Bijih Nikel Laterite (Sumber: <http://nevadaoutback-gems.com> )



Laterite Profile	Common Name	Minerals	Approximate analysis (%)			
			Fe	MgO	Ni	Co
Ferricrete	Ferricrete	Goethite	>50	<0.5	<0.8	<0.1
Limonite	Limonite	Hydrated Fe(OH)	40–50	0.5–5	0.8–1.5	0.1–0.2
Smectite	Smectite	Nontronite	10–30	5–15	0.6–2	0.02–0.1
Saprolite	Saprolite	Serpentine Talc Sepiolite Nontronite	10–25	15–35	1.5–4	0.02–0.1
Serpentinized Peridotite	Bedrock	Peridotite	5	35–40	0.3	0.01

**Gambar 2. 2** Profil Lapisan Nikel Laterit Beserta Komposisinya (Crudwell,2011)

## 2.2 Proses Pengolahan Bijih Nikel Laterit

Ada 2 proses utama untuk memproses nikel laterite ,pertama proses pirometalurgi dengan *dismelting* untuk memproduksi ferronikel and kedua proses hidrometalurgi dengan *dileaching* dan *refining* untuk memproduksi nikel *matte*. Kandungan besi pada bijih limonit dan *smectite* terlalu tinggi untuk dilakukan *smelting*, sementara kandungan MgO pada bijih saprolite terlalu tinggi untuk dilakukan *leaching*. Kedua bijih saprolit dan limonit, yang biasanya mengandung 1,3% -2,5% Ni dan 0,05-0,15% Co, *diupgrade* sebelum perlakuan metalurgi. *Upgrading* dilakukan dengan memisahkan material yang keras dan dilakukan proses seperti *crushing*, *grinding* dan *screening*. Kandungan bijih nikel mungkin meningkat selama proses *upgrading*.

Pada proses pengolahan bijih laterit, metode *pyrometalurgi-hidrometalurgi* biasanya digunakan. Proses ini meliputi *High Pressure Acid Leaching* (HPAL), *reduction roasting-ammonia leaching* (*Caron process*), *Atmospheric Leaching* (AL) dan *Rotary Kiln-Electric Furnace* (RKEF). Pada proses hidrometalurgi konvensional kandungan besi dalam bijih nikel diabaikan, hal ini tidak hanya mengakibatkan pemborosan sumber daya besi tetapi juga menyebabkan hilangnya nikel dan



kobalt selama hidrolisis besi. Proses RKEF dianggap insentif energi untuk memproduksi feronikel dari bijih laterit karena melibatkan beberapa langkah suhu tinggi, seperti kalsinasi dan pra-reduksi pada 850-1000°C dalam *rotary kiln*, diikuti oleh peleburan di 1500-1600°C dalam tanur listrik untuk memisahkan feronikel dari *slag* silika-magnesium (Guanghui Li, 2012)

Menurut Dominguez dkk (2013), rute umum pengolahan bijih nikel laterit secara *pyrometallurgy* terdiri dari 5 tahap proses yang saling berkaitan satu dengan yang lainnya yaitu penambangan bijih, *drying*, *roasting*, pelelehan, dan pemurnian.

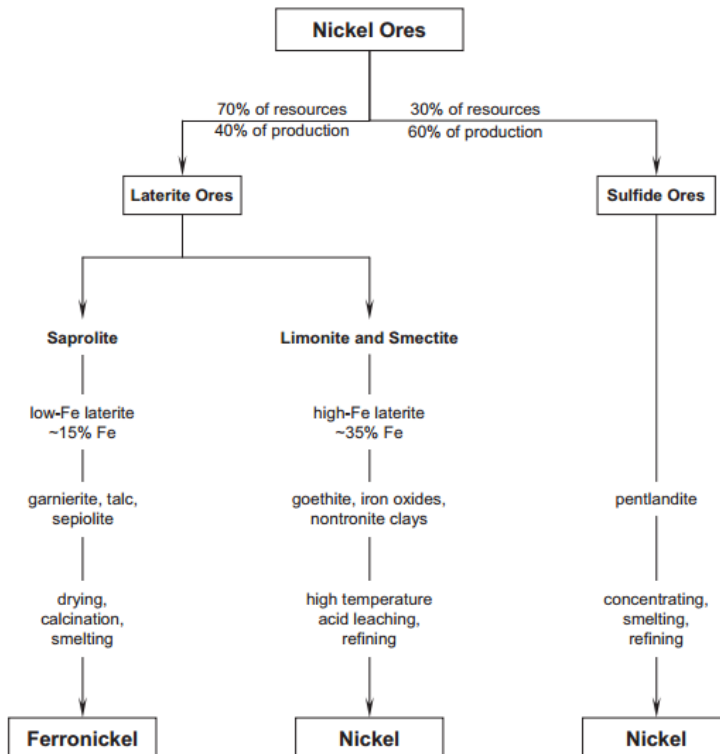
1. Penambangan: Bijih nikel laterit terbentuk dekat dengan permukaan tanah, dengan begitu laterit dengan mudah diambil.
2. *Drying* dan *roasting*: Karena bijih nikel laterit kebanyakan ditemukan di daerah dengan iklim tropis yang berada disekitar garis ekuator, bijih nikel laterit mengandung kelembapan yang sangat tinggi. Oleh karena itu, diperlukakn proses untuk menghilangkan kelembapan dengan cara *drying* atau *calcining*. Sebelum proses peleburan (*smelting*) bijih biasanya dilakukan *roasting* di dalam *rotary kiln*. Dua langkah ini dan langkah selanjutnya merupakan langkah-langkah yang memerlukan energi paling besar seperti gas alam, karbon, dan listrik.
3. *Smelting*: *Electric arc furnace* biasanya digunakan untuk proses peleburan (*smelting*). Nikel *matte* didapatkan akibat adanya penambahan sulfur sehingga oksida nikel dapat berubah menjadi nikel sulfida *matte*. Nikel *matte* bisa diberikan perlakuan yang sama meskipun berasal dari bijih nikel sulfida.
4. Pemurnian (*refining*): Ada beberapa cara pemurnian yang dapat dilakukan bergantung dari hasil akhir yang ingin dicapai.

Hasil ekstraksi nikel ada beberapa jenis yaitu *ferronickel*, nikel *matte*, dan nikel logam. *Ferronickel* adalah paduan besi dan nikel dengan kadar Nikel dibawah 20 % dan diatas 1,5 %. Pada umumnya yang dapat dihasilkan langsung dari *blast furnace*





adalah *pig iron* yang mengandung nikel antara 1,5 – 8 % Ni. Nikel *matte* dihasilkan dari ekstraksi senyawa nikel yang berupa sulfida. Sedangkan nikel berupa logam adalah pemurnian dari nikel yang berada di dalam *matte* maupun nikel yang berada di *ore* seperti pada proses *Mond* dimana nikel oksida dikenai karbon monoksida sehingga didapat nikel murni (Keyle, 2010).



**Gambar 2. 3** Diagram Ekstraksi Nikel dan *Ferronickel*  
(Crundwell 2011)

### 2.3 Batu Bara

Batu bara adalah salah satu bahan bakar fosil yang merupakan batuan sedimen yang dapat terbakar, terbentuk dari



endapan organik, utamanya adalah sisa-sisa tumbuhan dan terbentuk melalui proses pembatubaraan. Unsur-unsur utamanya terdiri dari karbon, hydrogen dan oksigen. Analisis unsur memberikan rumus formula empiris seperti  $C_{137}H_{97}O_9NS$  untuk bituminus dan  $C_{240}H_{90}O_4NS$  untuk antrasit.

Menurut C. F. K. Diessel (1992) pembentukan batubara diawali dengan proses biokimia, kemudian diikuti oleh proses geokimia dan fisika, proses yang kedua ini sangat berpengaruh terhadap peringkat batubara “*coal rank*“, yaitu perubahan jenis mulai dari gambut ke lignit, bituminus, sampai antrasit. Faktor yang sangat berperan didalam proses kedua tersebut adalah temperatur, tekanan, dan waktu.

Batu bara ditunjukkan pada Gambar 2.4. umumnya, untuk menentukan kualitas batubara dilakukan analisa kimia pada batubara yang diantaranya berupa analisis proksimat dan analisis ultimat. Analisis proksimat dilakukan untuk menentukan jumlah air (*moisture*), zat terbang (*volatile matter*), karbon padat (*fixed carbon*), dan kadar abu (*ash*), sedangkan analisis ultimat dilakukan untuk menentukan kandungan unsur kimia pada batubara seperti : karbon, hidrogen, oksigen, nitrogen, sulfur, unsur tambahan dan juga unsur jarang.



**Gambar 2. 4** BatuBara (Sumber: id.wikipedia.org)



Berdasarkan tingkat proses pembentukannya yang dikontrol oleh tekanan, panas dan waktu, batu bara umumnya dibagi dalam lima kelas: antrasit, bituminus, sub-bituminus, lignit dan gambut.

- a. **Antrasit** adalah kelas batu bara tertinggi, dengan warna hitam berkilauan (*luster*) metalik, mengandung antara 86% - 98% unsur Karbon (C) dengan kadar air kurang dari 8%. Antrasit mempunyai *heating value* paling tinggi di antara semua jenis batu bara
- b. **Bituminous** mengandung 68 - 86% unsur Karbon (C) dan berkadar air 8-10% dari beratnya. Batubara jenis ini mempunyai *heating value* dua sampai tiga kali dari lignite. Batu bara yang paling banyak ditambang di Indonesia, tersebar di pulau Sumatera, Kalimantan dan Sulawesi.
- c. **Sub-bituminus** mengandung sedikit Karbon 35-45 % dan banyak air, dan oleh karenanya menjadi *heating value* nya yang kurang efisien dibandingkan dengan bituminus.
- d. **Lignit** atau batu bara coklat adalah batu bara yang sangat lunak yang mengandung air 35-75% dari beratnya dan hanya mengandung 25-35% karbon.
- e. **Gambut**, berpori dan memiliki kadar air di atas 75% serta nilai kalori yang paling rendah.

**Tabel 2.1** Tipikal Kandungan Jenis Batu Bara (Brian H., 2008)

% weight	Anthracite	Bituminous	Sub-Bituminous	Lignite
Heat Content (Btu/lb)	13.000-15.000	11.000-15.000	8.500-13.000	4.000-8.300
Moisture	<15%	2-15%	10-45%	30-60%
Fixed Carbon	85-98%	45-85%	35-45%	25-35%
Ash	10-20%	3-12%	<10%	10-50%
Sulfur	0.6-0.8%	0,7-4.0%	<2%	0,4-1,0%
Chlorine (ppm)	340 ± 40 ppm	340 ± ppm	120 ± 20 ppm	120 ± 20 ppm

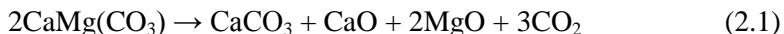


## 2.4 Dolomit

Batu kapur ialah jenis batuan sedimen yang mengandung senyawa karbonat. Pada umumnya batu kapur yang banyak terdapat adalah batu kapur yang mengandung kalsit. Batu kapur memiliki warna putih, putih kekuningan, abu-abu hingga hitam. Pembentukan warna ini tergantung dari campuran yang ada dalam batu kapur tersebut, misalnya : lempung, kwarts, oksida besi, mangan dan unsur organik. Batu kapur terbentuk dari sisa-sisa kerang di laut maupun dari proses presipitasi kimia. Berat jenis batu kapur berkisar  $2,6 - 2,8 \text{ gr/cm}^3$ , dalam keadaan murni dengan bentuk kristal kalsit ( $\text{CaCO}_3$ ), sedangkan berat volumenya berkisar  $1,7 - 2,6 \text{ gr/cm}^3$ . Jenis batuan karbonat dapat dibagi menjadi 2 bagian utama yaitu batu kapur (*limestone*) dan dolomit (*dolostone*) (Boggs, 1987).

Dolomit yang ditunjukkan pada Gambar 2.5 merupakan bahan alam yang banyak terdapat di Indonesia. Dolomit merupakan salah satu batuan sedimen yang banyak ditemui. Senyawa yang ada pada dolomit yaitu gabungan antara kalsium karbonat dengan magnesium karbonat [ $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ ].

Dolomit akan terdekomposisi termal secara langsung membentuk  $\text{CaCO}_3$  dan  $\text{CO}_2$  disertai dengan pembentukan  $\text{MgO}$  pada temperatur antara  $700^\circ\text{C}$  hingga  $750^\circ\text{C}$ . Dimana reaksi yang terjadi yaitu :



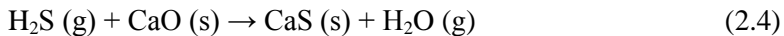
Pada temperatur yang lebih tinggi,  $\text{CaCO}_3$  akan mulai terdekomposisi meskipun masih terdapat dolomit ( $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ ). Reaksi dekomposisi dolomit dan  $\text{CaCO}_3$  akan berlangsung secara spontan yang terdiri dari 2 reaksi, yaitu :



Reaksi tersebut akan berlangsung secara spontan pada temperatur  $780 - 785^\circ\text{C}$  serta terdekomposisi secara keseluruhan pada temperatur  $950 - 960^\circ\text{C}$  (Philip Engler, dkk. 1988).



Dalam penelitian ini dolomit yang digunakan berperan sebagai penyedia gas  $\text{CO}_2$  dalam proses reduksi. Gas  $\text{CO}_2$  ini berguna untuk reaksi pembentukan gas  $\text{CO}$  (Reaksi Boduard). Gas  $\text{CO}_2$  diperoleh dari reaksi dekomposisi dolomit dan  $\text{CaCO}_3$ . Selain itu dolomit juga berperan sebagai *flux agent* atau pengikat pengotor. Dolomit dapat berperan dalam proses *desulfurisasi* batubara pada range temperatur 870 – 1037 °C (Spencer. 1985), dengan reaksi :



**Gambar 2. 5** Dolomit (sumber : geology.com)

## 2.5 *Selective Agent*

Meningkatkan temperatur dan waktu reduksi telah menunjukkan hasil pada peningkatan ukuran partikel ferronikel (Elliott et al., 2015; Zhu et al., 2012). Penambahan sulfur dan *fluxing agents*, seperti Natrium Sulfida ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) juga akan meningkatkan ukuran partikel ferronikel yang terbentuk (Harris, 2012). Penambahan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  bertujuan untuk meningkatkan selektivitas Ni dengan menurunkan kadar komponen yang tidak diinginkan.  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  akan terurai menjadi natrium yang dapat mengikat silikat dan Fe bereaksi dengan S membentuk  $\text{FeS}$ . Natrium silikat dan  $\text{FeS}$  merupakan komponen bukan magnet yang terikut menjadi *tailing* pada pemisahan magnetik, sehingga selektivitas Ni pada konsentrat meningkat. Selain itu adanya fasa



FeS dan natrium silikat yang mempunyai titik leleh rendah akan melarutkan partikel-partikel logam dan mempercepat proses perpindahan massa partikel logam sehingga memacu pertumbuhan partikel logam (Li,2012). Disamping itu, penambahan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  juga menyebabkan kinetika reduksi bijih nikel laterit berlangsung lebih baik sehingga pelepasan besi dan nikel dari mineralnya menjadi kondusif (Jie Lu,2013).

## 2.6 Pembriketan Bijih Nikel Laterit

Pada proses pirometalurgi bijih nikel laterit yang mempunyai kandungan nikel cenderung rendah upgrading melalui proses benefikasi perlu dilakukan untuk meningkatkan kandungannya sebelum melalui proses smelting via *Blast Furnace* ataupun *Electric Arc Furnace*. Pada proses benefikasi sifat - sifat fisik dan kandungan metalurgi perlu dipertimbangkan dan di evaluasi. Sifat fisik memberikan indikasi perilaku bijih selama penanganan dan penurunan dalam *furnace*. Metalurgi di sisi lain menunjukkan perilaku bijih selama proses reduksi. Dalam memilih bijih untuk proses *smelting*, beberapa sifat yang perlu diperhatikan antara lain (i) *tumbler*, abrasi dan indeks kehancuran, (ii) porositas, (iii) komposisi kimia, (iv) *Ignition loss*, (v) sifat reduksi, dan (vi) degradasi termal (M. Kumar,2008). Oleh karena itu diperlukan suatu proses penggumpalan (aglomerasi) yang dilanjutkan dengan proses *roasting*.

Proses aglomerasi menjadikan ore laterit yang berupa tanah digumpalkan yang telah dicampur kanji yang berfungsi sebagai zat pengikat. Kanji digunakan sebagai pengikat (*binder*) briket untuk meningkatkan kekuatan *green briquette* sebelum proses *roasting*, mengurangi tingkat degradasi briket saat transportasi dan *handling*. Karena hanya untuk keperluan sebelum proses *roasting*, binder tidak boleh memberikan efek negatif pada proses *roasting*. Kanji dipilih sebagai binder karena kanji merupakan zat organik, yang akan terbakar habis saat pemanasan. Secara spesifik pembriketan dibagi menjadi briket dingin dan briket panas. Briket dingin hanya dilakukan pada temperatur kamar, sedangkan briket panas dilakukan proses kalsinasi hingga



temperatur diatas 1000 °C hingga di bawah temperatur lelehnya. Proses kalsinasi sekaligus dilakukan dalam proses *roasting*. Proses pembriketan yang dilakukan berupa briket panas, hal ini dilakukan untuk memperoleh komposisi kimia briket laterit yang sesuai dengan proses produksi NPI (*Nickel Pig Iron*) pada *Mini Blast Furnace*. Proses pembriketan panas harus mencakup (Crundwell 2011):

- Menghilangkan sisa kadar air pada ore (untuk menghindari terjadinya ledakan pada *Mini Blast Furnace*)
- Mereduksi sekitar seperempat nikel dalam ore menjadi nikel metal
- Mereduksi mineral  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi mineral  $\text{Fe}^{2+}$  dengan kadar tinggi dan sekitar 5 % dari besi menjadi besi metal
- Menambah batu bara dengan cukup, sehingga kadar mineral yang tersisa untuk reduksi tahap akhir pada mini blast furnace.



**Gambar 2. 6** Bentuk Briket (sumber:image.ec21.com)

Bentuk briket yang digunakan berupa bentuk bantal (*pillow*) sdipilih dengan maksud tertentu. Jika dibandingkan dengan briket berbentuk bola yang memiliki keseragaman tegangan di seluruh permukaannya. Namun briket dengan bentuk bola akan sulit dibuat karena keterbatasan alat yang ada, proses pelepasan briket bola dari alat biket atau cetakan akan sulit dilakukan. Maka briket berbentuk bantal lebih mudah dibuat dengan menggunakan alat yang sudah komersial. Briket bentuk



bantal dengan volume yang sama memiliki tebal penambang kecil dan luas permukaan yang lebih besar dibanding dengan bentuk bola. Hal tersebut akan meningkatkan *heat flux* saat proses pemanasan. *Heat flux* yang besar akan meningkatkan *heat transfer* sehingga tingkat reduksi yang terjadi juga akan semakin besar (Iqbal,2015)

Pada proses pembriketan, proses reduksi yang terjadi haruslah secara optimal. Temperatur kalsinasi / *roasting* haruslah sesuai dengan temperatur terjadinya reaksi reduksi dari mineral nikel dan besi dalam laterit. Ketika temperatur tidak mencukupi maka reaksi reduksi tidak optimal karena energi yang diperlukan tidak mencukupi.

Perlu juga dipertimbangkan kebutuhan gas CO sebagai agen reduktor. Gas CO berasal dari batu bara, sehingga diperlukan perhitungan kebutuhan komposisi batu bara yang sesuai. Apabila ketersediaan batu bara tidak memadai maka reaksi tidak berjalan optimal karena gas CO juga kurang untuk mereduksi mineral nikel dan besi yang ada.

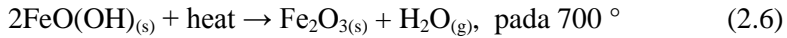
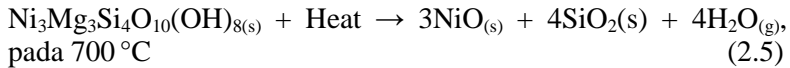
Apabila batu bara dengan jumlah yang berlebih akan sangat cukup, namun dengan semakin banyaknya jumlah batu bara memberikan gas CO yang sangat cukup, namun akan semakin menghasilkan rongga di dalam briket yang berlebih akibat batu bara habis terbakar menjadi gas. Rongga yang berlebih akan menurunkan *cold strength* dan *compressive strength* (kekuatan tekan). *Cold strength* yang rendah akan memperbesar tingkat degradasi berlebih dari *burden material* ketika transportasi dan *handling*. Kekuatan tekan yang rendah menyebabkan degradasi *burden material* saat menerima beban diatasnya saat berada di dalam *Mini Blast Furnace*, menurunkan jumlah rongga antara, zona kohesif dan zona *melting* sulit terbentuk yang disebut dengan keadaan *bridging*.

Menurut buku “*Extractive Metallurgy of Nickel and Cobalt*” (Tyroler & Landolt, 1998). Persamaan reaksi ekstraksi dari nikel laterit pada proses *roasting* ditunjukkan pada reaksi :





- Terjadi dekomposisi *garnierite* dan *goethite* (ore)



- Reaksi reduksi oleh gas CO



Karakteristik dari *burden material* yang sesuai pada proses *Blast Furnace* diantaranya :

- Kandungan oksigen, semakin sedikit kandungan oksigen yang dihilangkan saat aglomerasi, akan semakin efisien proses di *Blast Furnace*
- Fasa yang terbentuk dari *burden material*. Standar fasa yang terbentuk pada *iron ore sinter* umumnya berupa : Magnetit, *Calcium Ferrite*, *Fayalite*, *Olivines* (Gupta 2010).
- Permeabilitas, kontak antara gas reduktor dengan *burden ore* sangat penting dalam proses di *Blast Furnace*. Untuk optimasi kontak antara gas reduktor dengan *burden material* perlu adanya permeabilitas dari *burden material*. Permeabilitas semakin tinggi akan semakin baik. Permeabilitas dipengaruhi oleh jumlah pori dari *burden ore*. Dimana semakin banyak pori pada *burden ore* maka akan semakin luas permukaan dari *burden ore* yang akan berinteraksi dengan gas reduktor.
- Ukuran *burden material*, ukuran minimal dari *burden material* pada *Blast Furnace* yaitu 5 mm. Ukuran minimal ini didapat dari *Shatter Index*. *Shatter Index* merupakan nilai ketahanan



suatu *burden material* yang dijatuhkan dari ketinggian 2 meter (Bhavan and Marg 1981).

- Komposisi kimia, meliputi Basisitas,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dan  $\text{MgO}$  yang berperan penting dalam proses.
- Sifat metalurgi, meliputi:
  1. *Cold strength*, merupakan ketahanan *burden material* terhadap degradasi selama transportasi dan *handling*
  2. Reduksi-disintegrasi, merupakan efek dari tahap reduksi awal dan kesesuaian pada zona stack dalam *blast furnace*
  3. Sifat *softening* dan *melting*, penting pada pembentukan zona kohesif dan zona *melting* pada *Blast Furnace* (Geerdes, Toxopeus and Vliet 2009).

## 2.7 Termodinamika Reduksi Nikel Laterit

Diagram Ellingham adalah diagram yang menyajikan data-data termodinamika suatu logam yang mengalami proses pembentukan oksida, sulfida, ataupun klorida. Konstruksi dari diagram Ellingham seperti yang terlihat pada Gambar 2.7 berupa plot garis antara energi bebas Gibbs ( $\Delta G$ ) dan temperatur (T). Energi bebas Gibbs adalah suatu ukuran dari *driving force* yang dapat membuat suatu reaksi terjadi.  $\Delta G$  yang bernilai negatif menunjukkan bahwa suatu reaksi dapat terjadi secara spontan tanpa energi dari luar. Sementara itu reaksi yang memiliki  $\Delta G$  positif menunjukkan reaksi tersebut tidak akan terjadi secara spontan. Besar nilai energi bebas ( $\Delta G^\circ$ ) untuk reaksi oksidasi merupakan ukuran afinitas kimia suatu logam terhadap oksigen. Semakin negatif nilai  $\Delta G^\circ$  suatu logam menunjukkan logam tersebut semakin stabil dalam bentuk oksida.

Persamaan dari energi bebas Gibbs adalah sebagai berikut:

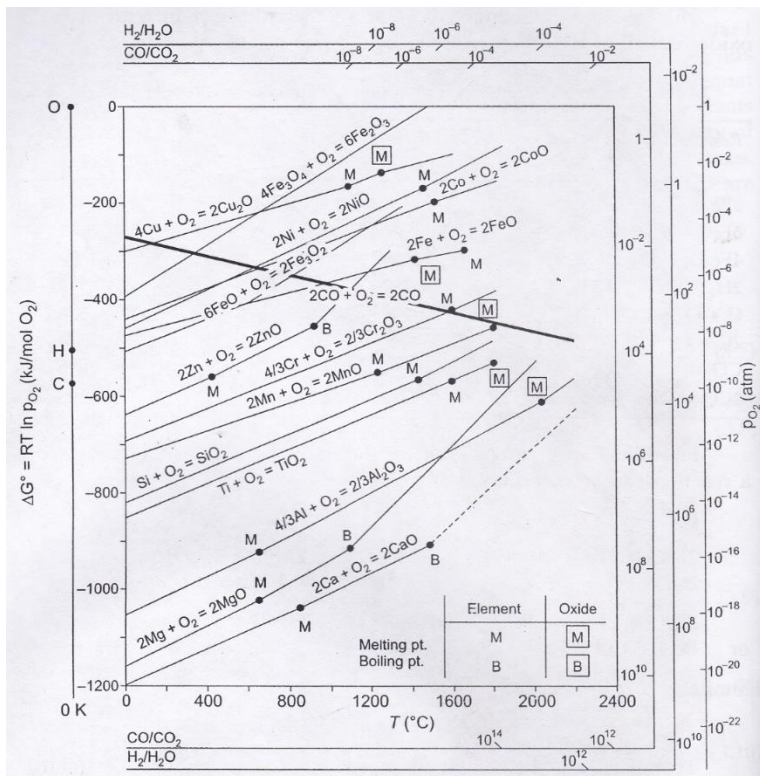
$$\Delta G = -T \Delta S + \Delta H \quad (2.11)$$

Dari diagram Ellingham pada Gambar 2.7 dapat diketahui temperatur minimal yang dibutuhkan agar terjadi reaksi tersebut terjadi. Hal tersebut dapat ditunjukkan oleh perpotongan antara kurva oksida dan garis pembentukan CO. Termodinamika hanya dapat digunakan untuk menentukan apakah suatu reaksi dapat



berjalan spontan atau tidak pada temperatur tertentu berdasarkan energi bebas yang dimiliki. Namun tidak dapat digunakan untuk menentukan laju reaksi. Perpotongan antara garis reaksi oksida dan reduksi secara termodinamika menunjukkan bahwa reaksi tersebut berjalan pada temperatur tertentu.

Klasifikasi reaksi reduksi suatu bijih mineral berdasarkan agen reduksi dikemukakan oleh *metallurgist* Prancis bernama Jacques Assenfratz pada tahun 1812 (Andronov 2007). Dia membuktikan secara pengujian bahwa reduksi bijih besi terjadi dalam 2 cara, yaitu: kontak antara bijih dan arang atau interaksi dengan gas reduktor.



**Gambar 2. 7** Diagram Ellingham (Ross, 1980)



Dalam proses berdasarkan batu bara, gas reduktor utama adalah CO. Tiga reaksi reduksi dan entalpi reaksi pada 25 °C dari mineral besi dalam laterit dapat dituliskan sebagai berikut:



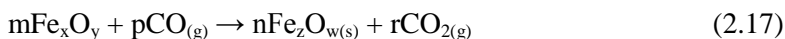
Ketika *wustit* bertemu dengan silikat akan membentuk fasa *fayalit*, seperti reaksi:



Entalpi reaksi pada 25 °C dapat diketahui dari entalpi pembentukan. Reaksi (2.12) dan (2.14), mempunyai entalpi negatif, yang berarti reaksi eksotermik dan reaksi (2.13) mempunyai entalpi positif, berarti reaksi endotermik dan membutuhkan energi. Karena *wustit* metastabil di bawah 570°C,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dapat direduksi dalam satu langkah menjadi besi metalik, tanpa melewati reaksi *wustit*.



Dalam sistem solid dan reduktor berfasa gas, seluruh reaksi selama reduksi bijih besi dapat terjadi dalam dua langkah (Chatterjee 1988) reduksi mineral besi dan gasifikasi karbon.



Dalam reaksi Boudouard, ketika karbon dioksida bereaksi dengan karbon membentuk karbon monoksida, 1 volume karbon dioksida menghasilkan 2 volume karbon monoksida pada tekanan konstan. Jika dalam volume konstan, reaksi akan meningkatkan temperatur. Jika tekanan meningkat, maka kesetimbangan sistem

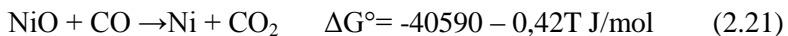
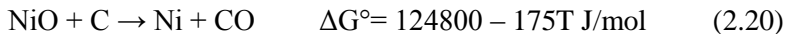
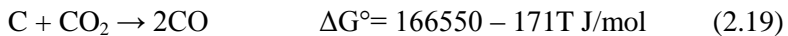


karbon oksigen akan bergeser untuk melepas tekanan. Oleh karena itu untuk menjaga rasio CO/CO<sub>2</sub> tetap sama pada tekanan tinggi, temperatur harus ditingkatkan.

Dilihat dari diagram Ellingham, reaksi reduksi NiO oleh CO mulai terjadi pada temperatur 440 °C. Sedangkan reaksi reduksi Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan gas CO terjadi pada temperatur 650 °C. Namun kedua reaksi reduksi ini belum akan terjadi pada temperatur tersebut oleh gas CO karena reaksi Boudouard baru terjadi pada temperatur diatas 900 °C.

Menurut Li (2011), reaksi reduksi nikel dari laterit terjadi pada metode deoksidasi *solid-state*, reduktor gas dan padat keduanya digunakan. Proses reduksi nikel Ni dipengaruhi oleh temperatur, waktu reduksi, kadar CO, kadar karbon dan kadar CaO.

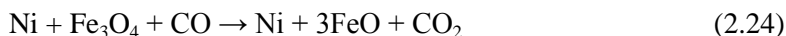
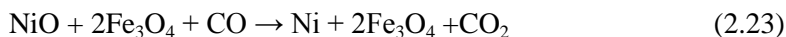
Reaksi utama dari nikel oksida menjadi nikel metalik adalah:



Dari diagram Ellingham (Gambar 2.7), temperatur terendah pada tekanan atmosfer terjadinya reduksi NiO oleh *fixed carbon* pada temperatur 440 °C. Kurva energi Gibbs standar dari pembentukan NiO adalah lebih rendah dari CO<sub>2</sub>, dan energi bebas Gibbs standar dari reaksi (2.20) bernilai negative pada tekanan atmosfer. Sehingga NiO dengan mudah tereduksi dengan CO (Li, 2011).

Faktanya, ore nikel laterit merupakan ore yang kompleks, termasuk di dalamnya berupa senyawa NiO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, dll, sehingga reaksi-reaksi lain pun secara simultan terjadi pada proses reduksi. Berdasarkan reduksi dari trevorite, NiO.Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, yang lebih mudah terjadi reduksi nikel oksida menjadi nikel metalik dimulai dengan:





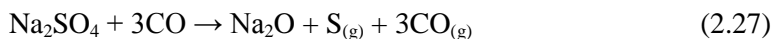
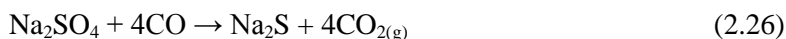
Reduksi selanjutnya dari wustit menjadi besi metalik terjadi:



Berdasarkan kondisi percobaan, proses reduksi dari (2.24) dan (2.25) akan sulit terjadi (Olli 1995).

Menurut Jiang (2013) mekanisme *selective reduction* dari nikel terjadi sesuai reaksi berikut:

- Terjadi dekomposisi termal dan reduksi Natrium sulfat

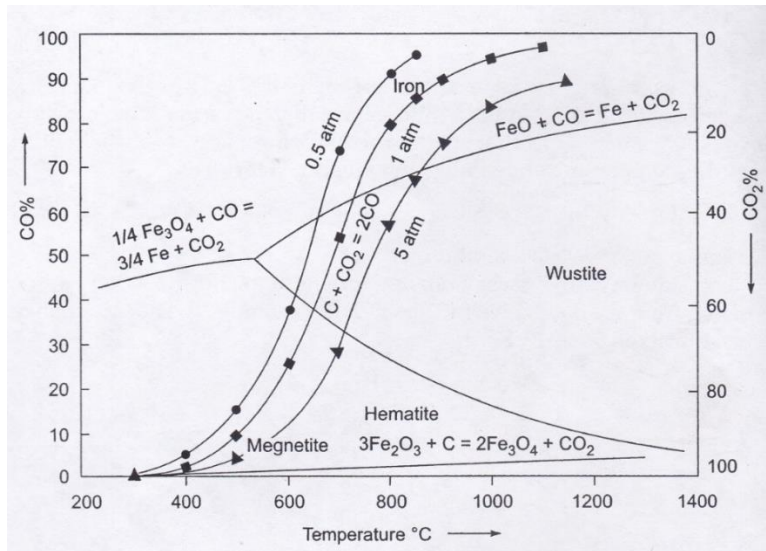


- Pengikatan Fe membentuk FeS



## 2.8 Diagram Boudouard

Glassner – Boudouard membuat sebuah diagram yang menggambarkan kesetimbangan antara besi, *hematit*, *magnetit*, *wustit*, karbon padat, karbon monoksida, dan karbon dioksida sehingga diagram tersebut dapat dijadikan teori dasar untuk proses reduksi langsung menggunakan karbon. Dalam hubungannya dengan ekstraksi nikel, reduksi langsung melibatkan karbon yang mereduksi besi dan juga nikel pada saat yang bersamaan. Oleh karena itu, sebelum dilakukan reduksi pada bijih nikel laterit perlu memperhatikan diagram ini untuk menentukan temperatur minimum yang efektif.



**Gambar 2. 8** Diagram Glassner – Boudouard

Gambar 2.8 yang merupakan Diagram Glassner – Boudouard dapat dilihat adanya reaksi kesetimbangan besi oksida dengan campuran gas CO/CO<sub>2</sub>, antara lain :

Garis Kesetimbangan Boudouard :  $\text{CO}_2 + \text{C} = 2\text{CO}$

Garis Kesetimbangan :  $3\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{CO} = 2\text{Fe}_3\text{O}_4 + \text{CO}_2$

Garis Kesetimbangan :  $\text{Fe}_3\text{O}_4 + \text{CO} = 3\text{FeO} + \text{CO}_2$

Garis Kesetimbangan :  $\text{FeO} + \text{CO} = \text{Fe} + \text{CO}_2$

Jika dilihat pada garis kesetimbangan Boudouard, jika pada temperatur 1000°C akan terdapat 100% gas CO. Kemudian apabila temperatur diturunkan maka kesetimbangan tersebut tidak akan tercapai sehingga terjadi penguraian dari gas CO menjadi CO<sub>2</sub> dan C. Akibatnya jumlah gas CO (pereduktor) akan berkurang. Pada daerah sebelah kiri garis kesetimbangan Boudouard, gas CO<sub>2</sub> lebih stabil sehingga gas CO yang ada akan terurai menjadi CO<sub>2</sub>. Sedangkan pada daerah sebelah kanan garis kesetimbangan Boudouard gas CO lebih stabil sehingga gas CO<sub>2</sub>



akan mengalami reaksi Boudouard membentuk gas CO. Hal tersebut menunjukkan bahwa reaksi Boudouard merupakan reaksi yang endotermik sehingga membutuhkan temperatur tinggi untuk berjalan.

Pada diagram Glassner – Boudouard tampak bahwa senyawa yang terbentuk sangat dipengaruhi oleh perbandingan antara CO/CO<sub>2</sub> juga temperatur operasi. Misal, pada temperatur 700°C dengan perbandingan CO/CO<sub>2</sub> adalah 60:40, maka senyawa paling stabil adalah *wustit*. *Magnetit* akan tereduksi menjadi *wustit* dan Fe teroksidasi menjadi *wustit*.

Hal penting yang dapat diperhatikan pada kesetimbangan Boudouard adalah antara garis kesetimbangan *wustit*/Fe dan garis kesetimbangan Boudouard berpotongan pada temperatur 700°C. Hal tersebut menunjukkan bahwa temperatur minimum yang dibutuhkan untuk mereduksi *wustit* menjadi Fe adalah 700°C. Antara garis kesetimbangan *magnetit*/*wustit* dan garis kesetimbangan Boudouard berpotongan pada temperatur 650°C. Hal tersebut menunjukkan bahwa temperatur minimum yang dibutuhkan untuk mereduksi *magnetit* menjadi *wustit* adalah 650°C. Sangat tidak mungkin reaksi dapat berjalan di bawah temperatur minimum karena karbon monoksida akan terurai menjadi karbon dioksida. Temperatur minimum di atas seluruhnya pada tekanan 1 atm.

## 2.9 Kinetika Reduksi Ore

Kinetika reaksi reduksi bijih mineral adalah kecepatan mineral oksida untuk bertransformasi menjadi logam metalik dengan melepaskan oksigen. Kecepatan reaksi reduksi bijih mineral ditentukan oleh tinggi rendahnya kemampuan bijih mineral tersebut untuk direduksi yang dipengaruhi oleh beberapa faktor, yaitu ukuran partikel, bentuk dan distribusi ukuran partikel, bobot jenis, porositas, struktur kristal, serta komposisi kimia (Ross 1980).

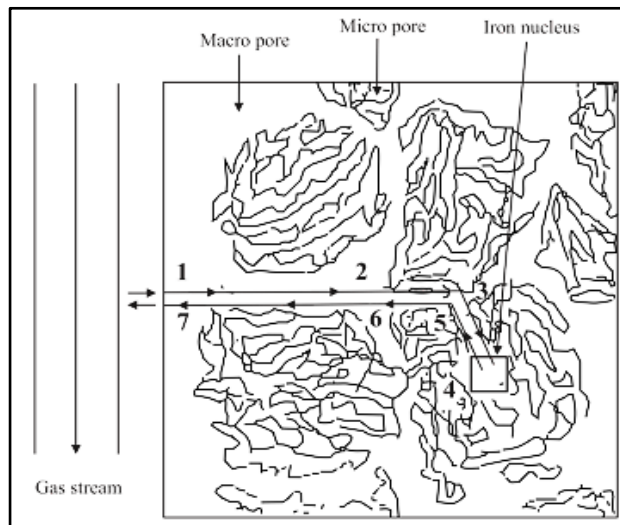
Kinetika reduksi menggunakan reduktor batu bara dipengaruhi oleh kombinasi beberapa mekanisme, yaitu perpindahan panas, perpindahan massa oleh konveksi, difusi fase





gas, serta reaksi kimia dengan gasifikasi karbon. El-Geassy (2007) menjelaskan bahwa ada banyak faktor yang mempengaruhi reduksi mineral oksida seperti komposisi bahan baku, basisitas, komposisi gas, dan temperatur reduksi. Pengaruh komposisi gas terjadi pada perubahan volume dari mineral oksida pada temperatur 800 – 1100 °C.

Bijih mineral dapat dianggap tersusun atas butiran-butiran. Celah diantara butiran-butiran dikenal sebagai pori makro dan pori yang lebih kecil dikenal sebagai pori mikro. Mekanisme reduksi ore mineral bertahap melalui langkah-langkah sebagai berikut dan diilustrasikan Gambar 2.9 (Bogdandy 1971).



**Gambar 2. 9** Garis Besar Mekanisme Reduksi Mineral Berpori  
(Bogdandy dkk. 1971)

Dimana:

1. Difusi gas reduktor melewati lapisan batas butir.
2. Difusi gas reduktor melalui pori-pori makro pada bijih besi.
3. Difusi gas reduktor melalui pori-pori mikro menuju posisi reaksi.



4. Reaksi pada batas fasa.
5. Difusi gas hasil reaksi reduksi melalui pori-pori mikro.
6. Difusi gas hasil reaksi reduksi melalui pori-pori makro.
7. Difusi gas hasil reaksi reduksi melalui lapisan batas butir.

Faktor yang mempengaruhi karakteristik reduksi antara lain adalah ( Dutta,1993) :

1. Komposisi gas reduktor. Laju reduksi yang menggunakan gas  $H_2$  dan campuran gas  $H_2$  dan CO sebagai reduktor lebih cepat dibandingkan dengan gas CO terutama pada awal reduksi karena laju difusi gas  $H_2$  lebih cepat dibandingkan gas CO ,juga karena daya absorpsi gas  $H_2$  lebih besar dibandingkan gas  $CO_2$
2. Konsentrasi dan jenis reduktor;.
3. Temperatur, temperatur mempunyai efek yang besar terhadap laju reduksi besi oksida. Temperatur akan mempengaruhi laju difusi dan reaksi kimia. Pada umumnya laju reaksi reduksi besi oksida akan naik dengan naiknya temperatur.

### **2.10 Penelitian Mengenai Bijih Nikel Laterit Sebelumnya**

Pada 2012 Guanghai Li Tangming Shi dkk, melakukan percobaan untuk mendapatkan konsentrat yang mempunyai kadar nikel tinggi dengan cara mereduksi bijih nikel laterit yang mempunyai kadar Ni 2,33% dan Fe 22,10% pada temperatur 1100 °C selama 60 menit dengan penambahan 20%  $Na_2SO_4$  sehingga dihasilkan konsentrat dengan kadar nikel 9,48% dan perolehan nikel dalam konsentrat sebesar 83,01%.

Upaya lainnya untuk meningkatkan kadar nikel dalam laterit dilakukan oleh Cao dan kawan kawan (2010) yang telah melakukan penelitian proses pemanggangan reduksi selektif pada temperatur 1200 °C selama 40 menit dengan penambahan 20%  $Na_2CO_3$  dan 15 % batu bara, yang dilanjutkan dengan pemisahan magnet. Bijih yang digunakan sebagai bahan baku penelitiannya adalah bijih nikel laterit kadar rendah yang mempunyai kandungan nikel 1,86% dan besi 13,59%. Dari hasil penelitiannya



diperoleh konsentrat feronikel dengan kadar nikel 10,83% dan perolehan nikel dalam konsentrat 82,15%.

Upaya untuk meningkatkan kadar nikel dalam laterit juga dilakukan oleh Zhu dkk (2012). yang telah melakukan penelitian reduksi selektif yang dilanjutkan dengan pemisahan magnet terhadap bijih nikel laterit kadar rendah yang mempunyai kadar Ni 1,42% dan Fe 23,16%. Proses reduksi dilakukan pada temperatur 1100 °C selama 60 menit dengan penambahan 6%  $\text{CaSO}_4$  dan 5% batubara. Dari hasil percobaannya diperoleh konsentrat feronikel dengan kadar nikel 6% dan perolehan nikel dalam konsentrat adalah 92,10%

Rudi Subagja dan Agus Budi Prasetyo (2016) melakukan percobaan untuk meningkatkan kadar nikel dalam bijih nikel laterit jenis limonit telah dilakukan dengan cara membuat pelet dari campuran bijih nikel laterit jenis limonit, batubara dan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , dilanjutkan dengan pemanggangan reduksi pelet dalam *muffle furnace* pada temperatur 800 °C sampai dengan 1100 °C dan waktu pemanggangan reduksi dari 0,5 jam sampai dengan 4 jam. Hasil reduksi dari proses pemanggangan kemudian digiling dalam *vibrating mill* untuk selanjutnya dicampur dengan air dan dilewatkan ke dalam alat pemisah magnet untuk memisahkan konsentrat nikel dari *tailing*. Konsentrat dengan kadar nikel 0,28% dan kadar besi 66,57% diperoleh dari hasil reduksi pada temperatur 1000 °C selama 1 jam, penambahan batubara 10% dan penambahan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  20% dengan perolehan nikel dan besi dalam konsentrat masing- masing adalah 64,77% dan 34,66%.

Li Bo, Hua Wang dan Yonggang Wei (2011) mengkaji tentang proses reduksi ore nikel lateri kadar rendah menggunakan deoksidasi *solid-state*. Bahwa fasa  $\alpha\text{Ni}$  diperoleh sebesar 90 % dari ore nikel laterit dengan gas reduktor berupa campuran CO dan  $\text{CO}_2$ . Sedangkan diperoleh fasa  $\alpha\text{Ni}$  sebesar 80 % dengan reduktor solid berupa antrasit. Hasil penelitian menunjukkan bahwa persentase konversi dari total nikel menjadi nikel logam meningkat dengan meningkatnya temperatur reaksi dan waktu, dan kemudian tetap stabil dengan kenaikan lebih lanjut, tetapi menurun tiba-tiba pada suhu 850° C. Gas CO sebagai spesies aktif



dalam reduktor tersebut. Hasil terbaik  $\alpha\text{Ni}$  dapat dicapai bila konten CO dalam campuran gas lebih besar dari 30%. Waktu reaksi 80 menit dan kandungan CaO dari 10% berhubungan dengan  $\alpha\text{Ni}$  maksimal.

Yan-jun LI,dkk (2013) Meneliti mengenai nikel dari bijih nikel *low grade* laterit dilakukan dengan menggunakan reduksi berbasis batubara. Pengaruh temperatur reduksi dan waktu terhadap pertumbuhan partikel logam diselidiki. Selain itu, mekanisme pengurangan nikel dianalisis berdasarkan sifat-sifat struktur kristal dari bijih laterit nikel dan proses reduksi. Reduksi dilakukan pada variasi temperatur antara 1200-1300 °C dan kemudian direduksi selama 40 menit. Temperatur reduksi dan waktu reduksi secara signifikan mempengaruhi perilaku pertumbuhan partikel logam Fe-Ni. Ukuran dan kemurnian partikel meningkat dengan meningkatnya suhu reaksi dan memperpanjang waktu reaksi. Fase logam Fe-Ni diatur dalam matriks sebagai partikel berbentuk bola. Partikel-partikel yang rumit dari bijih laterit nikel berubah menjadi partikel logam dan matriks slag setelah reduksi. Selama reduksi, nikel sebagian besar nikel direduksi dengan CO daripada C. Sebuah hubungan penting ditemukan antara proses reduksi dan struktur kristal dan sifat kimia kristal dari bijih laterit nikel. Reduksi terjadi karena disosiasi senyawa kompleks dan pengurangan oksida sederhana. Proses reduksi merusak kisi besi magnesium olivin. Logam besi yang nikel dan nikel secara bertahap berkumpul dan membentuk partikel logam yang lebih besar.

Zulfiadi Zulhan and Ian Gibranata (2016) melakukan percobaan dengan mereduksi ore nikel laterit limonit menggunakan *muffle furnace* dengan kadar Ni 1,49 dan Fe 47,6% yang ditambahkan dengan BB dengan variasi 5-20 wt% berat, lama *holding* 15 -60 min dan *heating rate* antara 6,67;8,83; dan 10 °C/min. Proses dilakukan dengan *isothermal gradient* temperatur yaitu dengan memanaskan sampai 1000 °C kemudian *holding* 30 min kemudian temperatur dinaikkan sampai 1400 °C dengan variasi *heating rate* dan ditahan dengan variasi waktu . Nugat feronikel yang terbentuk dengan penambahan 10 wt% BB



lebih baik, karena penambahan BB lebih menghalangi proses migrasi dan nukleasi karena banyaknya BB yang tidak bereaksi. Dengan meningkatnya waktu *holding* memberikan waktu untuk terbentuknya metal dan nukleasi membentuk metal yang lebih besar sehingga perolehan (*recovery*) Ni dan Fe meningkat, selain itu semakin kecil *heating rate* juga meningkatkan *recovery* dari Ni dan Fe. Dengan SEM metal mulai terbentuk pada 1330 °C. Dari hasil reduksi didapatkan kadar Ni pada *nugget* sebesar 4,3% dan Fe 86,5% dengan waktu *holding* 1 jam dan *heating rate* 6,67 C/min

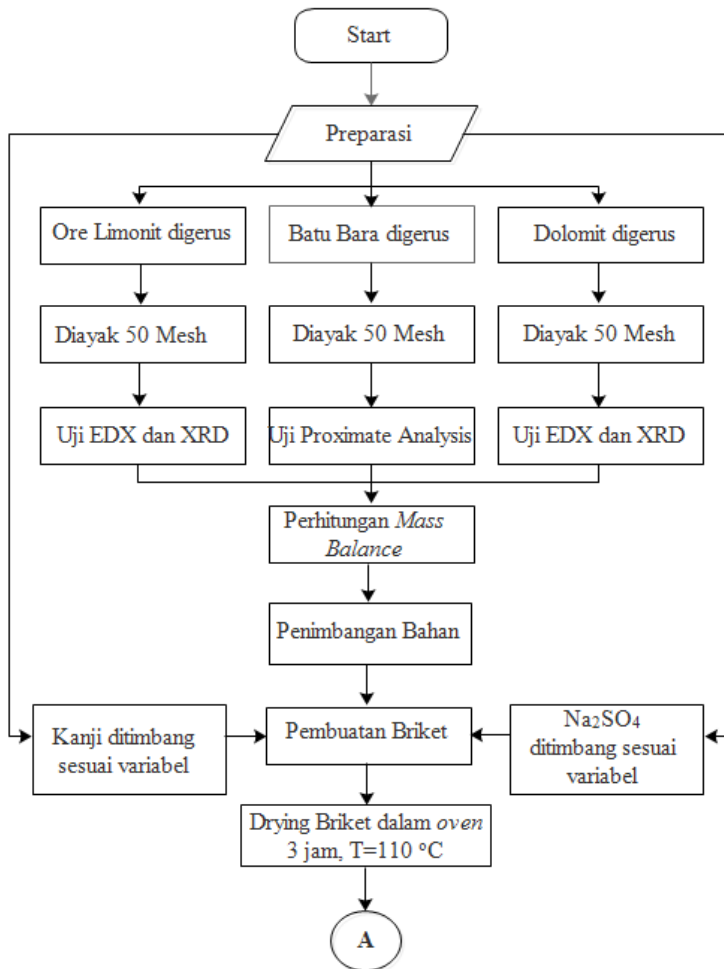


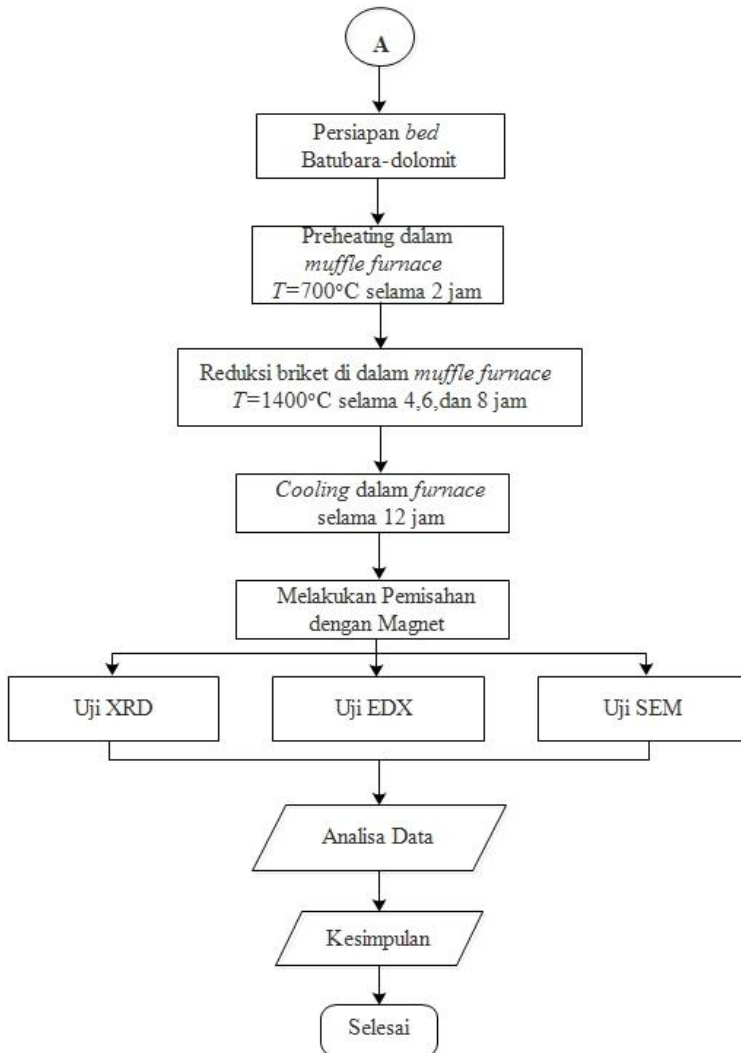
*Halaman ini sengaja dikosongka*



## BAB III METODE PENELITIAN

### 3.1 Diagram Alir Penelitian





**Gambar 3. 1** Diagram Alir Penelitian

### 3.2 Bahan Penelitian

Bahan – bahan yang digunakan dalam penelitian ini, antara lain :





### 3.2.1 Nikel

Bijih nikel yang digunakan dalam penelitian ini adalah bijih nikel laterit berupa limonit, yang berasal dari daerah Sulawesi tenggara. bijih nikel dihancurkan terlebih dahulu kemudian diayak hingga berukuran 50 *mesh*. Bijih nikel laterit yang digunakan ditunjukkan pada Gambar 3.2.



**Gambar 3. 2** Bijih Nikel Laterit

### 3.2.2 Batu Bara

Batu bara yang digunakan dalam penelitian ini yaitu batu bara dengan jenis sub-bituminus dari Binuang, Kalimantan Selatan. Batu bara ini juga dihancurkan terlebih dahulu kemudian diayak hingga berukuran 50 *mesh*. Batu bara yang digunakan ditunjukkan pada Gambar 3.3.



**Gambar 3. 3** Batu Bara



### 3.2.3 Batu Kapur

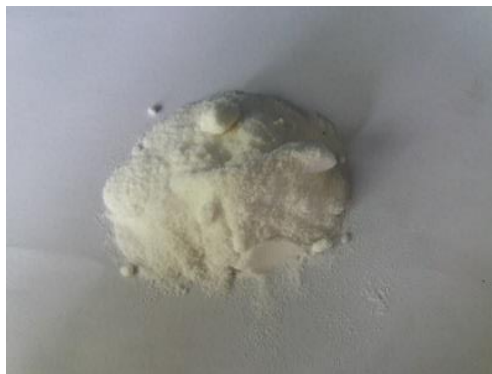
Batu Kapur (*Dolomite*) yang digunakan dihancurkan terlebih dahulu kemudian diayak hingga berukuran 50 *mesh*. Batu kapur yang digunakan ditunjukkan pada Gambar 3.4.



Gambar 3. 4 Batu Kapur

### 3.2.4 Natrium Sulfat

Natrium Sulfat ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) digunakan dalam penelitian ini sebagai agen *selective reduction* pada nikel laterit seperti pada Gambar 3.5.



Gambar 3. 5 Serbuk Natrium Sulfat



### **3.2.5 Kanji**

Kanji digunakan dalam penelitian ini sebagai pengikat (binder) dalam pembuatan briket seperti pada Gambar 3.6.



**Gambar 3. 6** Serbuk Kanji

### **3.2.6 Air**

Air digunakan dalam pembuatan briket. Air yang digunakan yaitu air ledeng.

### **3.2.7 LPG**

LPG digunakan dalam penelitian sebagai sumber bahan bakar yang digunakan dalam *Muffle Furnace*. LPG yang digunakan ditunjukkan pada Gambar 3.7.



**Gambar 3. 7** LPG



### 3.3 Peralatan Penelitian

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini, antara lain :

#### 3.3.1 Alat Kompaksi

Alat kompaksi berfungsi untuk membentuk campuran bahan menjadi briket yang berbentuk bantal (*pillow*). Alat kompaksi yang digunakan ditunjukkan pada Gambar 3.8. Briket dibuat dengan menggunakan bahan baku berupa ore, batubara, fluks, natrium sulfat, dan kanji. Volume hasil briket yaitu  $14 \text{ cm}^3$  dan dimensi briket :

Panjang : 4,3 cm  
Lebar : 3,4 cm  
Tebal : 1,65 cm



**Gambar 3. 8** Alat Kompaksi

#### 3.3.2 Muffle Furnace

Proses aglomerasi dilakukan dengan menggunakan *Muffle Furnace* seperti pada Gambar 3.9. Dimensi *Muffle Furnace* yang digunakan adalah sebagai berikut :

Panjang : 48 cm  
Lebar : 85 cm  
Tinggi : 64 cm  
Tebal batu tahan api : 7 cm



**Gambar 3. 9** *Muffle Furnace*

### **3.3.3 Timbangan Digital**

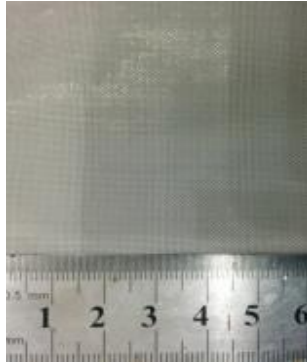
Timbangan digital digunakan dalam penelitian ini untuk menimbang bahan baku yang akan digunakan sebagai bahan campuran untuk pembuatan briket, ditunjukkan pada Gambar 3.10.



**Gambar 3. 10** Timbangan Digital

### **3.3.4 Ayakan**

Ayakan digunakan dalam penelitian ini untuk mendapatkan ukuran butir dari bahan baku yang digunakan sebagai bahan campuran pembuatan briket. Ayakan yang digunakan berukuran 50 mesh seperti pada Gambar 3.11.



**Gambar 3. 11** Ayakan

### 3.3.5 Thermocouple

*Thermocouple* digunakan untuk mengetahui temperatur di dalam *Muffle Furnace* saat proses aglomerasi.



**Gambar 3. 12** *Thermocouple*

### 3.3.6 Blower

*Blower* digunakan untuk meniupkan udara luar ke dalam *Muffle Furnace*. *Blower* yang digunakan ditunjukkan pada Gambar 3.13



**Gambar 3. 13** *Blower*

### **3.3.7 Oven**

*Oven* digunakan untuk mengeringkan briket hasil kompaksi untuk menghilangkan *moisture content*. *Oven* yang digunakan ditunjukkan pada Gambar 3.14.



**Gambar 3. 14** *Oven*

### **3.3.8 Alat Tumbuk**

Alat tumbuk pada Gambar 3.15 digunakan untuk menghancurkan bahan baku yang digunakan agar mendapatkan ukuran butir bahan baku yang sesuai, yaitu 50 *mesh*.



**Gambar 3. 15** Alat Tumbuk

### **3.4 Pelaksanaan Penelitian**

#### **3.4.1 Persiapan Material**

Langkah – langkah yang dilakukan pada proses preparasi material yaitu :

1. Ore laterit, batu bara, batu kapur (dolomit), ditumbuk dan dilakukan pengayakan dengan ukuran *mesh* sebesar 50 mesh.
2. Ore laterit, batu kapur (dolomit) diuji menggunakan alat uji EDX dan XRD.
3. Batu bara diuji *proximate analysis*.
4. Pembuatan briket nikel laterit.
  - Ore nikel laterit hasil ayakan dicampur dengan batu bara , dan Natrium Sulfat.
  - Kanji dicampur dengan air hingga 100 mL, dan dipanaskan dalam air mendidih hingga sedikit mengental.
  - Campuran dari ore nikel laterit, batu bara , dan Natrium Sulfat ditambahkan kanji yang telah sedikit mengental dan diaduk hingga merata.
  - Campuran dibentuk menjadi briket *pillow* dengan alat kompaksi dengan tekanan  $30 \text{ kgf/cm}^2$ . Dalam satu kali proses reduksi dibutuhkan 4 buah briket.
5. Briket yang telah dikompaksi kemudian di *drying* pada temperatur  $110^\circ\text{C}$  dengan waktu 3 jam menggunakan oven

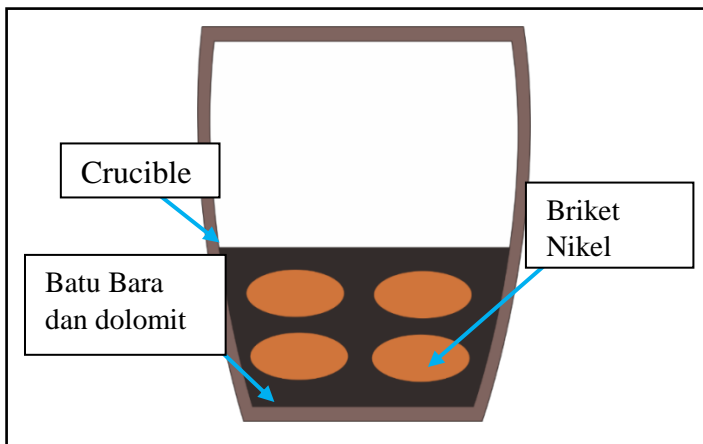




### 3.4.2 Proses Reduksi Karbotermik

Langkah – langkah yang dilakukan dalam proses reduksi karbotermik yaitu :

1. Briket yang telah dikeringkan dimasukkan ke dalam *bed* (*Crucible*) yang didalamnya berisi campuran batubara dan dolomit di dalam *Muffle Furnace* untuk dilakukan proses reduksi seperti pada gambar 3.16
2. Pemanasan awal di *Muffle Furnace* dilakukan hingga temperatur 700 °C dengan *heat rate* 10 °C / menit. Kemudian dilakukan *holding* pada temperatur 700 °C selama 2 jam.
3. Selanjutnya temperatur ditingkatkan mencapai 1400 .Kemudian dilakukan *holding* dengan variasi waktu selama ( 4 jam ; 6 jam; dan 8 jam)
4. Briket hasil reduksi didinginkan di dalam *Muffle Furnace*.
5. Setelah proses reduksi selesai, setiap sampel dikeluarkan dari *Muffle Furnace*.
6. Briket hasil reduksi selanjutnya akan dilakukan proses pengujian SEM, XRD dan EDX.



**Gambar 3. 16** Penempatan Briket Pada *Crucible*



### 3.5 Pengujian Penelitian

#### 3.5.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Untuk mengetahui struktur kristal dan senyawa secara kualitatif yang terdapat pada bahan baku yang digunakan diuji dengan alat XRD seperti pada Gambar 3.17. Dalam pengujian XRD sampel yang akan diuji sebelumnya harus sudah dihancurkan terlebih dahulu hingga berukuran 200 mesh. Sinar X merupakan radiasi elektromagnetik yang memiliki energi tinggi sekitar 200 eV hingga 1 MeV. Sinar X dihasilkan oleh interaksi antara berkas elektron eksternal dengan elektron pada kulit atom. Spektrum sinar X memiliki panjang gelombang  $10^{-1} - 10$  nm, berfrekuensi 1017 – 1020 Hz dan memiliki energi  $10^3 - 10^6$  eV. Panjang gelombang sinar X memiliki orde yang sama dengan jarak antar atom sehingga dapat digunakan sebagai sumber difraksi kristal. XRD digunakan untuk menentukan ukuran kristal, regangan kisi, komposisi kimia, dan keadaan lain yang memiliki orde sama.



**Gambar 3. 17** XRD PAN Analytical

#### 3.5.2 Scanning Electron Microscope (SEM)

*Scanning Electron Microscope* (SEM) adalah sebuah mikroskop elektron yang didesain untuk menyelidiki permukaan dari objek *solid* secara langsung. SEM memiliki kemampuan untuk mengetahui topografi, morfologi dari suatu sampel yang



diuji. Alat uji SEM-EDX yang digunakan ditunjukkan pada Gambar 3.18.



**Gambar 3. 18 SEM-EDX**

### **3.5.3 Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDX)**

*Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* atau EDX adalah suatu teknik yang digunakan untuk menganalisa elemen atau karakterisasi kimia dari suatu sampel. Prinsip kerja dari alat ini adalah metode spektroskopi, dimana elektron ditembakkan pada permukaan sampel, yang kemudian akan memancarkan *X-Ray*. Energi tiap – tiap photon *X-Ray* menunjukkan karakteristik masing – masing unsur yang akan ditangkap oleh detektor EDX, kemudian secara otomatis akan menunjukkan puncak–puncak dalam distribusi energi sesuai dengan unsur yang terdeteksi. Hasil yang didapatkan dari pengujian EDX adalah berupa grafik *energy (KeV)* dengan *counts*. Dari data grafik tersebut kita bisa melihat unsur – unsur apa saja yang terkandung di dalam suatu sampel. Serta dengan pengujian EDX, didapatkan pula persentase dari suatu unsur yang terkandung di dalam suatu sampel.



### 3.5.4 Proximate Analysis

Untuk mengetahui kandungan batu bara seperti kadar *moisture*, *volatile matter*, *ash*, dan *fixed carbon* dapat dilakukan pengujian *proximate analysis*. Standar pengujian yang dilakukan yaitu ASTM D 3172-02 (*Fixed Carbon*), ASTM D 3173-02 (*Moisture*), ASTM D 3174-02 (*Ash*), dan ASTM D 3175-02 (*Volatile matter*).

#### 3.5.4.1 Moisture

Analisa kadar *moisture* dalam batu bara dilakukan dengan metode ASTM D 3173-02. Sampel yang digunakan dihaluskan hingga 250  $\mu\text{m}$ .

Bahan :

1. Udara kering
2. Pengering, seperti kalsium sulfat anhidrat (0,004 mg/L), silika gel, magnesium perklorat (0,0005 mg/L), dan asam sulfat (0,003 mg/L)

Alat :

1. Oven Pengering

Prosedur

1. Mengeringkan sampel dalam pengering selama 15 menit hingga 30 menit dan ditimbang. Mengambil sampel seberat 1 g dan diletakkan dalam kapsul, tutup kapsul dan timbang.
2. Meletakkan kapsul dalam oven yang telah dipanaskan ( $104^{\circ}\text{C} - 110^{\circ}\text{C}$ ). Tutup oven dan panaskan selama 1 jam. Buka oven dan dinginkan dengan pengering. Timbang segera kapsul bila telah mencapai temperatur ruangan.
3. Menghitung hasil analisa.

Perhitungan :

$$\text{Moisture, \%} = [(A - B) / A] \times 100 \quad (3.1)$$

Dimana,

A = berat sampel yang digunakan (gram)

B = berat sampel setelah pemanasan (gram)



### 3.5.4.2 Volatile Matter

Analisa kadar *volatile matter* dalam batu bara dilakukan dengan standar ASTM D 3175-02. Sampel yang digunakan dihaluskan hingga 250  $\mu\text{m}$ .

Alat :

1. Krusibel platina dengan tutup, untuk batu bara berkapasitas 10 – 20 mL, diameter 25 – 35 mm. Dan tinggi 30 – 35 mm.
2. *Vertical electric tube furnace*.

Prosedur:

1. Menimbang sampel seberat 1 g dalam krusibel platina, tutup krusibel dan masukkan dalam *furnace*, temperatur dijaga  $950 \pm 20^\circ\text{C}$ .
2. Setelah *volatile matter* lepas, yang ditunjukkan dengan hilangnya api *luminous*, periksa tutup krusibel masih tertutup.
3. Setelah pemanasan tepat 7 menit, pindahkan krusibel keluar *furnace* dan didinginkan.
4. Timbang ketika dingin
5. Presentasi *weight loss* dikurangi presentasi *moisture* sama dengan *volatile matter*.

Perhitungan :

$$\text{Weight Loss, \%} = [(A - B) / A] \times 100 \quad (3.2)$$

Dimana,

A = berat sampel yang digunakan (gram)

B = berat sampel setelah pemanasan (gram)

Kemudian persen *volatile matter* dihitung

$$\text{Volatile Matter, \%} = C - D \quad (3.3)$$

Dimana,

C = *Weight Loss* (%)

D = *Moisture* (%)



#### 3.6.4.3 Ash

Analisa kadar *ash* dalam batu bara dilakukan dengan standar ASTM D 3174-02. Sampel yang digunakan dihaluskan hingga 250  $\mu\text{m}$ .

Alat:

1. *Electric muffle furnace*
2. Kapsul porselen atau krusibel platina
3. Tutup krusibel

Prosedur:

1. Memasukkan 1 g sampel dalam kapsul dan ditimbang dan tutup. Letakkan kapsul dalam *furnace* dingin. Panaskan dengan temperatur 450 – 500  $^{\circ}\text{C}$  selama 1 jam.
2. Memanaskan sampel hingga temperatur mencapai 700–750 $^{\circ}\text{C}$  selama 1 jam. Kemudian lanjutkan pemanasan hingga 2 jam.
3. Pindahkan kapsul keluar dari *furnace*, didinginkan dan timbang.

Perhitungan :

$$\text{Ash, \%} = [(A - B) / C] \times 100 \quad (3.4)$$

Dimana,

A = berat kapsul, tutup, dan *ash* (gram)

B = berat kapsul kosong dan tutup (gram)

C = berat sampel yang digunakan (gram)

#### 3.5.4.4 Fixed Carbon

Analisa kadar *fixed carbon* dalam batu bara dilakukan dengan standar ASTM D 3172-02 dengan perhitungan dari data kadar *moisture*, *ash*, dan *volatile matter*.

$$\text{Fixed Carbon, \%} = 100\% - [\text{moisture (\%)} + \text{ash (\%)} + \text{volatile matter (\%)}] \quad (3.5)$$



### 3.6 Neraca Massa Briket Nikel Laterit

Proses pembriketan yang akan dilakukan proses reduksi memerlukan perhitungan terhadap massa bahan yang akan digunakan. Perhitungan dilakukan berdasarkan persamaan reaksi yang terjadi pada proses reduksi bijih nikel laterit limonit. Perhitungan ini berpengaruh pada hasil akhir proses reduksi baik berupa morfologi maupun komposisi yang dihasilkan. Adapun bahan yang dikomposisikan adalah ore nikel laterit limonit, batu bara, dan bahan tambahan seperti dolomit, natrium sulfat, kanji. Perhitungan untuk masing-masing massa bahan tersebut dilakukan dengan memperhatikan perilaku thermal senyawa penyusunnya pada temperature 1400 °C.

Komposisi batu bara diperhitungkan berdasarkan kebutuhan gas CO, sesuai reaksi Boudouard (2.18), sebagai agen reduktor untuk mereduksi  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan  $\text{NiO}$ . Batu bara juga diperlukan untuk kebutuhan gas CO sebagai agen reduksi dekomposisi  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ . Kebutuhan Natrium Sulfat ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) ditentukan dari 10% massa total briket setelah dihitung neraca massa yang didapat dari bijih nikel laterit, batubara, dan fluks (Jiang, et al. 2013). Diharapkan penambahan Natrium sulfat dapat mengikat Fe yang akan membentuk FeS dan natrium silikat sesuai reaksi (2.28) dan (2.29). Kebutuhan dolomit ditentukan berdasarkan kebutuhan gas  $\text{CO}_2$  yang diperlukan sebagai pembentuk gas reduktor sebagai gas pereduksi. Sedangkan kebutuhan kanji sebagai pengikat briket sesuai dengan kebutuhan.

Desain target roasting briket ditentukan pada Tabel 3.1 berikut:

**Tabel 3.1** Target Proses reduksi Nikel Laterit

Target	Keterangan	Nilai	Satuan
<b>Reaksi</b>	$\text{Fe}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Fe}_3\text{O}_4$	100	Persen (%)
<b>Reduksi</b>	$\text{Fe}_3\text{O}_4 \rightarrow \text{FeO}$	100	Persen (%)
	$\text{NiO} \rightarrow \text{Ni}$	100	Persen (%)
<b>Reaksi</b>	$\text{FeO} \rightarrow \text{Fe}$	100	Persen (%)
<b>Pengikat</b>	Kanji	3%	Persen (%)



Berdasarkan target proses reduksi briket tersebut, maka dilakukan perhitungan komposisi dengan neraca massa dengan ditentukan sebagai basis adalah bijih nikel laterit sehingga diperoleh perbandingan komposisi ore : batu bara : Natrium Sulfat : kanji, adalah sebesar 100 : 67,56 : 17,23 : 6,81. Perbandingan komposisi masing masing bahan pada setiap variabel dihitung sesuai Tabel 3.2.

**Tabel 3.2** Perbandingan Komposisi Briket

<b>Variabel Waktu tahan</b>	<b>Bijih Nikel (gram)</b>	<b>Batu Bara (gram)</b>	<b>Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (gram)</b>	<b>Kanji (gram)</b>	<b>Total (gram)</b>
<b>4 jam</b>	100	67,56	17,23	5,54	190,35
<b>6 jam</b>	100	67,56	17,23	5,54	190,35
<b>8 jam</b>	100	67,56	17,23	5,54	190,35

Selain itu juga ditambahkan dolomit dalam bed sebagai penyedia gas CO<sub>2</sub> untuk reaksi boduard sesuai perhitungan neraca massa sebesar 42,42 gram.

Jika melalui perhitungan persentase massa bijih tiap variasi briket dengan kadar Fe 55,37 % dan Ni 1,25 % dalam bijih, dapat diperoleh kadar Fe dan Ni pada masing-masing briket variasi jenis fluks sebelum dilakukan proses reduksi ditunjukkan pada Tabel 3.3.

**Tabel 3.3** Kadar Fe dan Ni pada Briket Sebelum Reduksi

<b>Variabel Waktu tahan</b>	<b>Massa Campuran Briket</b>	<b>Fe</b>		<b>Ni</b>	
		<b>Massa (gram)</b>	<b>%</b>	<b>Massa (gram)</b>	<b>%</b>
<b>4 jam</b>	191,62	55,37	29,09	1,25	0,66
<b>6 jam</b>	191,62	55,37	29,09	1,25	0,66
<b>8 jam</b>	191,62	55,37	29,09	1,25	0,66





### 3.7 Rancangan Penelitian

**Tabel 3.4** Rancangan Penelitian

Perbandingan Komposisi Bahan dengan Jenis Fluks		Hasil Pengujian		
Lama Holding	Rasio Komposisi*	XRD	EDX	SEM
4 jam	100 : 67.56 : 42.42 : 17.24 : 5.54	v	v	v
6 jam	100 : 67.56 : 42.42 : 17.24 : 5.54	v	v	v
8 jam	100 : 67.56 : 42.42 : 17.24 : 5.54	v	v	v

\*Komposisi Bahan : Ore : Batu Bara : Dolomit :  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  : Kanji

**Tabel 3.5** Jadwal Penelitian

Kegiatan	Februari	Maret				April				Mei			
	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
Preparasi alat dan sampel													
Pengujian bahan													
Reduksi Nikel Limonit													
Pengujian hasil reduksi													
Analisa dan pembahasan													



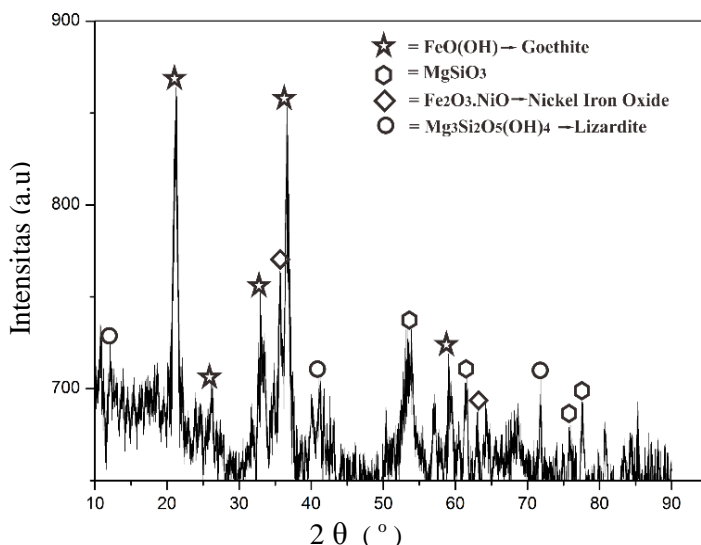
*Halaman ini sengaja dikosongkan*

## BAB IV

### ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Karakteristik Bijih Nikel Laterit Limonit

Pada penelitian ini menggunakan bijih nikel laterit Limonit dari Sulawesi Tenggara. Untuk mengetahui senyawa yang terkandung pada bijih nikel laterit limonit, identifikasi fasa dari bijih nikel laterit dilakukan menggunakan mesin XRD PAN *analytical*. Sebelum dilakukan pengujian bijih nikel laterit telah diayak dengan ayakan 50 *mesh* atau 300  $\mu\text{m}$ . Pengujian dilakukan dengan posisi  $2\theta$  dari  $10^\circ$  sampai  $90^\circ$  dan menggunakan panjang gelombang  $\text{CuK}\alpha$  sebesar 1,54056 Å. Hasil pengujian XRD dari bijih nikel laterit dapat dilihat pada Gambar 4.1.



**Gambar 4.1** Hasil Pengujian XRD Bijih Nikel Laterit Limonit

Pengujian XRD menghasilkan *peak* senyawa yang ditunjukkan pada Gambar 4.1 di atas. Hasil pengujian XRD dianalisa dengan menggunakan *PDF-2 Release 2011*. Dari *peak* tersebut dapat diketahui fasa-fasa yang terdapat pada bijih nikel laterit limonit. Semakin tinggi *peak* yang terbentuk menandakan



semakin banyaknya juga fasa yang terdapat pada bijih tersebut, maka dari analisa *peak* didapatkan fasa dominan pada bijih nikel laterit adalah *goethite* ( $\text{FeOOH}$ ). Selain itu juga terdapat fasa *lizardite* ( $\text{Mg}_3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ ) dan *Nickel Iron Oxide* ( $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{NiO}$ ) dan  $\text{MgSiO}_3$ . Selain mengetahui senyawa yang terkandung pada bijih, kadar unsur yang terkandung pada bijih juga perlu diketahui. Untuk mengetahui komposisi / kadar dilakukan pengujian terhadap bijih nikel laterit limonit hasil sampling yang sama seperti pengujian XRD. Pengujian tersebut menggunakan mesin SEM-EDX. Sehingga, didapatkan data komposisi bijih seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.1.

**Tabel 4.1** Hasil Pengujian EDX bijih nikel laterit limonit

MgSi	Ni	Fe	Si	Mg	Ca	Al	Cr	Mn	Co
% Wt	1.25	55.37	1.94	0.42	0.46	5.04	1.54	0,88	1,62

## 4.2 Karakteristik Batubara

Batu bara yang digunakan berasal dari Binuang Kalimantan Selatan. Pada penelitian ini batubara digunakan sebagai pengedia karbon untuk menghasilkan gas reduksi berupa gas CO. Gas CO yang berasal dari reaksi Boudouard yang akan mereduksi  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  menjadi Fe dan NiO menjadi Ni.

Pengujian *proximate analysis* dilakukan untuk mengetahui kadar *moisture*, *ash*, *volatile matter*, dan *fixed carbon*. Pengujian *proximate* dilakukan berdasarkan standar ASTM D 3173-02. Hasil pengujian *proximate analysis* batubara yang digunakan dalam penelitian ini dapat dilihat pada Tabel 4.2.



**Tabel 4.2** Hasil Pengujian *Proximate Analysis* Batubara

Parameter	Hasil	Unit	Standar Pengujian
<b>Kelembapan Total</b> ( <i>Moisture</i> )	1.8	%, ar	ASTM D3302-02
<b>Kadar Abu</b> ( <i>Ash</i> )	4.75	%, ar	ASTM D3174-02
<b>Kadar Karbon Tetap</b> ( <i>Fixed Carbon</i> )	42.35	%, adb	ASTM D3175-02
<b>Kadar Zat yang mudah menguap</b> ( <i>Volatile Matter</i> )	52.86	%, adb	ASTM D3172-02
<b>Nilai Kalori</b>	7204	Cal/gr, adb	ASTM D5865-03

Batu bara ini memiliki nilai kalori yang cukup tinggi, yaitu 7204 kal/gr dan kadar karbon 42,35 %. Sehingga dapat dikategorikan sebagai batu bara golongan Sub-bituminus. Hasil dari *proximate analysis* di atas digunakan untuk perhitungan neraca massa yang digunakan untuk menghitung kebutuhan fluks, batu bara, Natrium Sulfat dan kanji untuk proses reduksi.

Batu bara mengandung suatu kadar yang disebut sebagai mineral matter. Mineral matter pada batu bara umumnya ialah  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{SO}_3$ .  $\text{SiO}_2$  merupakan mineral matter yang paling dominan dalam batu bara (Pummil, 2012). Hasil Uji XRF pada batu bara dapat ditunjukkan pada Tabel 4.3.

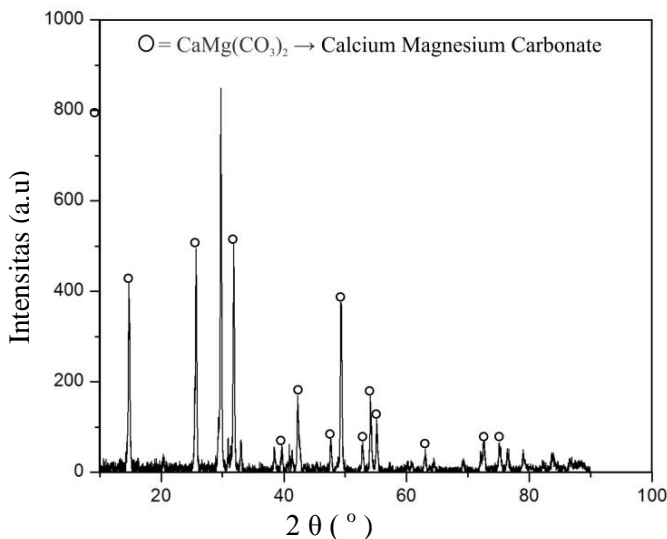


**Tabel 4.3** Komposisi *Mineral Matter* Batu Bara

Elemen	Rumus Kimia	Konsentrasi (%)
Aluminium Oksida	$\text{Al}_2\text{O}_3$	4,33
Silikon Oksida	$\text{SiO}_2$	20,96
Sulfur	S	2,10
Potassium oksida	$\text{K}_2\text{O}$	0,31
Kalsium Oksida	CaO	1,22
Titanium Oksida	$\text{TiO}_2$	2,37
Vanadium	V	0,03
Besi Oksida	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	1,02
Tembaga	Cu	0,04
Seng	Zn	0,01
Zirconium	Zr	0,04
Timah	Sn	0,04

#### 4.3 Karakteristik Batu Kapur (Dolomit)

Batu kapur yang digunakan berupa dolomit yang berasal dari Gresik. Batu kapur sebelumnya diayak dengan ayakan 50 mesh atau 300  $\mu\text{m}$ . Identifikasi fasa dari batu kapur dilakukan menggunakan mesin XRD *PAN analytical*. Pengujian dilakukan dengan posisi  $2\theta$  dari  $10^\circ$  sampai  $90^\circ$  dan menggunakan panjang gelombang  $\text{CuK}\alpha$  sebesar 1,54056 Å. Hasil pengujian XRD dari batu kapur dapat dilihat pada Gambar 4.2



**Gambar 4.2 Hasil Pengujian XRD Batu Kapur**

Pengujian XRD dari batu kapur menghasilkan *peak* senyawa yang ditunjukkan pada Gambar 4.2 diatas. Hasil pengujian XRD dianalisa dengan menggunakan *PDF-2 Release 2011*. Dari *peak* tersebut dapat diketahui fasa-fasa yang terdapat pada batu kapur. Semakin tinggi *peak* yang terbentuk menandakan semakin banyaknya juga fasa yang terdapat pada batu kapur tersebut, maka dari analisa *peak* didapatkan fasa dominan pada batu kapur adalah *Calcium Magnesium Carbonate* ( $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ ).

Setelah mengetahui fasa dari batu kapur, selanjutnya batu kapur diuji EDX untuk mengetahui komposisi yang terdapat pada batu kapur. Sehingga, didapatkan data komposisi batu kapur seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.4.



**Tabel 4.4 Hasil Pengujian EDX batu kapur**

No.	Elemen	Rumus Kimia	Komposisi (%)
1.	Kalsium	Ca	18.015
2.	Magnesium	Mg	14.30
3.	Karbon	C	12.6215
4.	Oksigen	O	55.0635

Dari pengujian EDX di atas tampak bahwa kapur memiliki kadar Mg yang cukup tinggi, yaitu 14.30 %. Dari kadar Mg tersebut dapat disimpulkan bahwa kapur yang digunakan ialah *dolostone* atau dolomit bukan *limestone*. Dari segi proses aglomerasi, baik Mg maupun Ca yang membentuk senyawa  $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$  akan membantu proses dengan cara menyediakan gas  $\text{CO}_2$  untuk penyediaan gas reduktor proses reduksi seperti yang ditunjukkan pada reaksi 2.2.

#### **4.4 Pengaruh Variasi Waktu Tahan Terhadap Komposisi Unsur pada Briket Hasil Reduksi**

Untuk mengetahui pengaruh waktu penahanan pada proses reduksi briket nikel laterit limonit terhadap komposisi unsur pada briket dilakukan reduksi dengan waktu 4 jam, 6 jam, dan 8 jam. Hasil reduksi kemudian dilakukan pengujian EDX untuk mengetahui perubahan komposisi unsur yang terjadi. Waktu penahanan akan berhubungan dengan terjadinya reaksi reduksi yang terjadi, sehingga akan tereduksi beberapa unsur yang terdapat pada briket nikel laterit limonit, hal ini akan mempengaruhi kadar unsur pada briket hasil reduksi. Komposisi hasil reduksi ditunjukkan pada Tabel 4.5



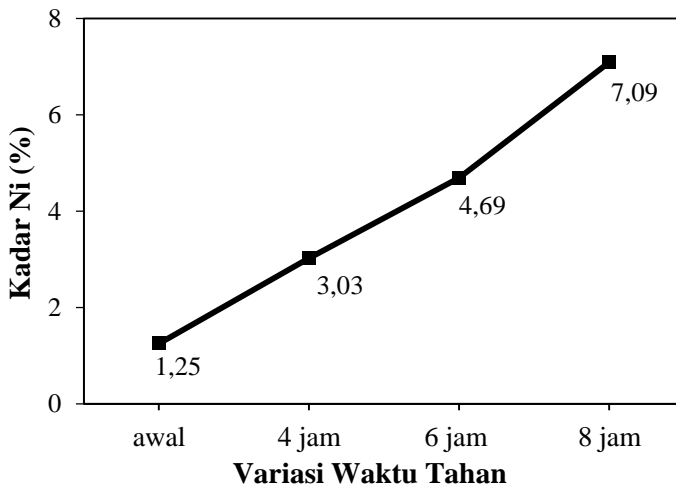


**Tabel 4.5** Komposisi Unsur Setelah Proses Reduksi

Variabel Waktu Tahan	Unsur (%)							
	Fe	Ni	Mg	Ca	Al	Si	Cr	Mn
<b>Briket awal</b>	55,37	1,25	0,42	0,46	5,04	1,94	1,54	0,886
<b>4 jam</b>	80,09	3,03	1,00	1,12	0,72	1,01	3,27	3,83
<b>6 jam</b>	67,68	4,69	4,68	1,59	7,41	6,22	0,91	0,56
<b>8 jam</b>	51,57	7,09	3,14	10,15	5,18	11,17	1,53	0,23

#### 4.5 Pengaruh Variasi Waktu Tahan Terhadap Kadar Unsur Ni pada Briket Hasil Reduksi

Variasi waktu tahan pada proses reduksi briket nikel laterit limonit akan mempengaruhi kadar unsur pada hasil proses reduksi. Pengaruh variasi waktu tahan terhadap kadar Ni dapat dilihat pada Gambar 4.3.



**Gambar 4.3** Pengaruh Variasi Waktu Tahan Terhadap Kadar Ni pada Briket Hasil Proses Reduksi



Dari Gambar 4.3 dapat dilihat bahwa kadar Ni awal bijih nikel laterit limonit adalah 1,25 %, setelah dilakukan proses reduksi pada temperatur 1400 °C dengan variasi waktu tahan selama 4 jam diperoleh kadar Ni pada briket hasil reduksi sebesar 3,03 % dengan peningkatan sebesar 1,78 %. Peningkatan ini terjadi dikarenakan terjadinya reaksi dehidroksilasi *Geothite*  $\text{FeO}(\text{OH})$  pada temperatur antara 200-700 °C sehingga akan melepas ikatan hidroksidanya (OH). Reaksi dehidrosilasi *geothite* akan menyebabkan terpisahnya senyawa NiO dan besi hematit  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dari senyawa *Geothite* (Crundwell dkk,2011). Setelah terjadinya reaksi dehidroksilasi kemudian NiO yang masih berikatan besi hematit  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  akan mengalami reaksi reduksi oleh gas CO yang berasal dari reaksi boduard (2.18).

Pada hasil reduksi dengan variasi waktu tahan 6 jam didapatkan kadar Ni adalah sebesar 4,69 % dengan terjadi peningkatan sebesar 3,44 %. Peningkatan kadar Ni terjadi selain karena terjadinya dehidroksilasi *geothite*, dengan meningkatnya waktu tahan juga menyebabkan reaksi boduard terjadi lebih lama, hal ini menyebabkan bertambahnya volume gas CO pada atmosfer reduksi. Dengan meningkatnya gas CO atmosfer reduksi menyebabkan proses reaksi reduksi berlangsung lebih baik, selain itu dengan peningkatan waktu tahan maka reaksi reduksi oleh gas CO juga berlangsung lebih lama. Hal ini menyebabkan lebih banyak senyawa NiO dan besi oksida yang akan tereduksi menjadi Ni dan Fe. Dengan tereduksinya NiO menjadi Ni akan meningkatkan kadar Ni pada hasil reduksi

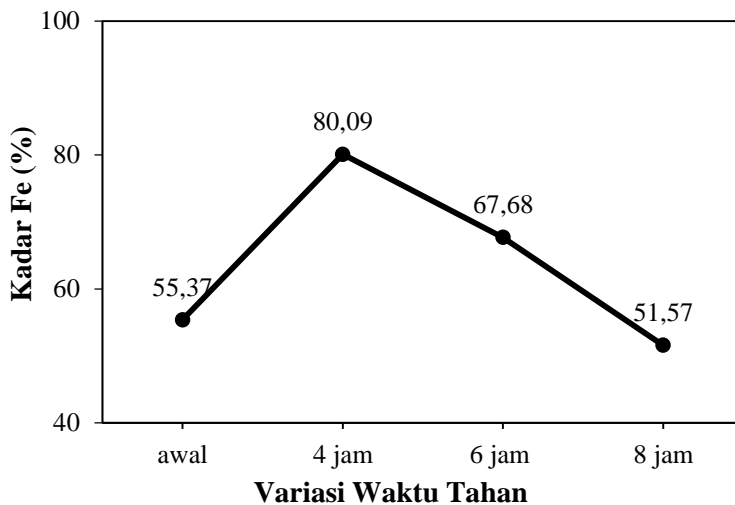
Pada hasil reduksi dengan variasi waktu tahan 8 jam didapatkan kadar Ni adalah sebesar 7,09 % dengan terjadi peningkatan sebesar 5,84 %. Peningkatan ini disebabkan oleh reaksi reduksi dari NiO menjadi Ni oleh gas CO hasil reaksi bodouard, selain itu dengan penambahan Natrium Sulfat ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) akan meningkatkan selektivitas Ni. Natrium Sulfat dengan meningkatnya waktu tahan akan mengalami reaksi dekomposisi menjadi  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{S}$ , dan Sulfur. Natrium akan dapat mengikat silikat, dan S akan bereaksi dengan FeO membentuk FeS sesuai reaksi ( $\text{Na}_2\text{S} + \text{FeO} \rightarrow 2\text{SiO}_2 + \text{FeS} +$



$\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ ) sehingga akan terjadi selektivitas reduksi dimana  $\text{NiO}$  akan tereduksi  $\text{Ni}$  dan  $\text{Fe}$  yang telah tereduksi akan bereaksi dengan Sulfur membentuk  $\text{FeS}$ .  $\text{FeS}$  merupakan komponen bukan magnet yang tidak akan tertarik magnet dan menjadi pengotor sehingga menurunkan kadar  $\text{Fe}$  pada hasil reduksi (Guang Li, 2012). Dengan penurunan kadar  $\text{Fe}$  pada massa total briket tereduksi maka akan berimbang dengan peningkatan  $\text{Ni}$  pada hasil reaksi reduksi.

#### 4.6 Pengaruh Waktu Tahan Terhadap Kadar Unsur Fe pada Briket Hasil Reduksi

Pengaruh variasi waktu tahan terhadap kadar  $\text{Fe}$  dapat dilihat pada Gambar 4.4.



**Gambar 4.4** Pengaruh Variasi Waktu Tahan Terhadap Kadar Fe pada Briket Hasil Proses Reduksi

Dari Gambar 4.4 dapat dilihat bahwa kadar  $\text{Fe}$  awal bijih nikel laterit limonit adalah 55,37 %, setelah dilakukan proses reduksi pada temperatur  $1400\text{ }^{\circ}\text{C}$  dengan variasi waktu tahan



selama 4 jam diperoleh kadar Fe pada briket hasil reduksi sebesar 80,09 % dengan peningkatan sebesar 24,72 %. Peningkatan ini terjadi dikarenakan terjadinya reaksi dehidroksilasi *Geothite*  $\text{FeO}(\text{OH})$  pada temperatur antara 200-700 °C sehingga akan terlepas melepas ikatan hidroksidanya (OH). Reaksi dehidroksilasi *Geothite* menyebabkan terpisahnya senyawa NiO dan besi hematit  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dari senyawa *Geothite* (Crundwell dkk, 2011). Selain itu menurut (Kyoung-oh, 2014) dengan dengan meningkatnya temperatur akan selain menyebabkan reaksi dehidroksilasi juga akan menyebabkan menurunnya LOI (*Loss of Ignition*) dan menghilangnya *volatile matter* yang akan meningkatkan konsentrasi Fe. Penyebab peningkatan Fe pada hasil reduksi paling signifikan adalah karena terjadinya reaksi reduksi oleh gas CO pada senyawa oksida besi yaitu hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) dan wustit ( $\text{FeO}$ ) menjadi Fe secara berurutan sesuai persamaan (2.7), (2.8), (2.9).

Pada hasil reduksi dengan variasi waktu tahan 6 jam didapatkan kadar Fe sebesar 67,68 % dengan peningkatan sebesar 12,31 % dari kandungan Fe awal. Dengan bertambahnya waktu tahan maka lebih banyak besi oksida dan nikel oksida yang tereduksi sehingga meningkatkan kadar Fe dan Ni, namun dibanding dengan variasi waktu tahan 4 jam reduksi dengan waktu tahan 6 jam kadar Fe hasil reduksi justru mengalami penurunan. Penurunan ini mungkin dikarenakan dengan peningkatan waktu tahan,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  yang ditambahkan sebagai *selective agent* akan terdekomposisi menjadi natrium yang dapat mengikat silikat dan S bereaksi dengan Fe membentuk FeS sesuai reaksi ( $\text{Na}_2\text{S} + \text{FeO} \rightarrow 2\text{SiO}_2 + \text{FeS} + \text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ ). FeS merupakan komponen bukan magnet dan pengotor yang terpisah dari hasil reduksi mengalami pemisahan magnetik sehingga menurunkan kadar Fe pada hasil reduksi. Dengan adanya fasa FeS ini akan juga akan meningkatkan selektivitas Ni sehingga kadar Ni pada konsentrat akan bertambah. Hal ini terbukti dengan kenaikan kadar Ni pada variasi waktu tahan 6 jam (Guang Li, 2012)

Pada hasil reduksi dengan variasi waktu tahan 8 jam didapatkan kadar Fe sebesar 51,57 % dan terjadi penurunan



sebesar 3,8% dari kadar Fe awal pada briket nikel limonit. Penurunan ini dikarenakan dengan bertambahnya waktu tahan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  yang terdekomposisi semakin banyak yang menyebabkan Fe menjadi FeS yang terbuang ke slag, selain itu dengan semakin lama waktu tahan akan menyebabkan gas CO sebagai reduktor semakin berkurang sehingga, Fe yang telah tereduksi teroksidasi lagi menjadi senyawa besi oksida yang akan bereaksi dengan magnesium silikat membentuk senyawa *forsterite* ( $\text{Mg}_{1.7}\text{Ni}_{0.3}\text{O}_4\text{Si}$ ) yang menyebabkan Fe terjebak pada senyawa *forsterite*. Senyawa *forsterite* merupakan senyawa yang sulit untuk tereduksi sehingga menurunkan kandungan Fe (J.Foster dkk,2016) hal ini terbukti dengan hasil pengujian XRD dimana menunjukkan fasa *forsterite* ( $\text{Mg}_{1.7}\text{Ni}_{0.3}\text{O}_4\text{Si}$ ) pada hasil reduksi variasi waktu tahan 8 jam.

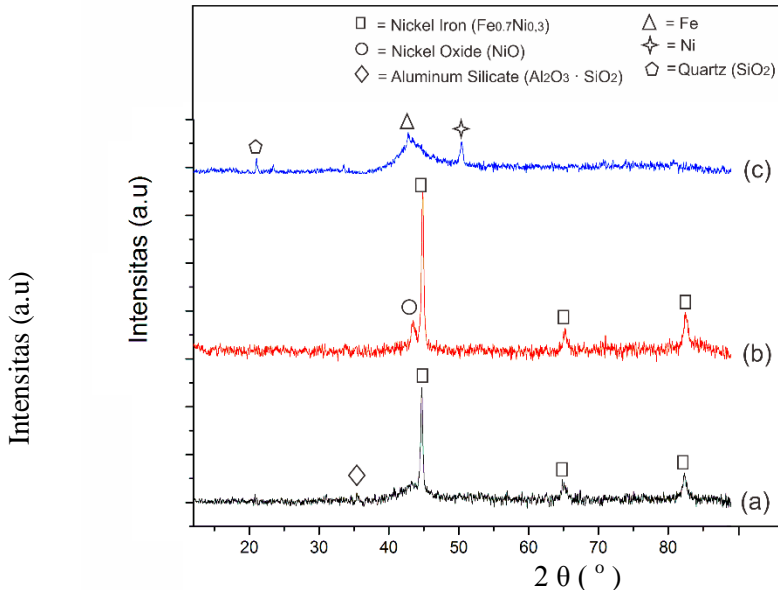
Penambahan zat aditif sebagai selective agent sangat berpengaruh pada peningkatan kadar Ni, namun dengan semakin banyaknya zat aditif akan menurunkan kandungan dan perolehan Fe pada hasil reduksi karena Fe akan terpisah ke slag melalui pemisahan magnetik, dengan menurunnya Fe maka perolehan logam hasil reduksi juga akan berkurang, hal ini menyebabkan proses reduksi menjadi kurang optimal.

#### **4.7 Pengaruh Waktu Tahan Terhadap Fasa yang Terbentuk dalam Briket Hasil Reduksi**

Identifikasi fasa dari hasil reduksi briket nikel laterit dilakukan menggunakan mesin XRD *PAN Analytical*. Pengujian dilakukan dengan posisi  $2\theta$  20–90° dan menggunakan panjang gelombang  $\text{CuK}\alpha$  sebesar 1.54060 Å. Setelah proses reduksi pada briket laterit limonit dengan variasi waktu tahan didapatkan hasil reduksi yang berupa metal dan serbuk yang kemudian diuji XRD. Selanjutnya hasil pengujian XRD dianalisa dengan menggunakan *PDF-2 Release 2011*. Gambar 4.5 merupakan identifikasi dari fasa pada hasil metal yang terdapat briket dan Gambar 4.6 merupakan identifikasi fasa pada hasil serbuk yang telah dilakukan proses reduksi dalam *bed* batubara – dolomit dalam *muffle furnace*.



#### 4.7.1 Analisa XRD Hasil Proses Reduksi Berupa Metal



**Gambar 4.5** Hasil Pengujian XRD pada Metal Hasil Proses Reduksi Waktu Tahan (a) 4 jam, (b) 6 jam dan (c) 8jam

Gambar 4.5 merupakan hasil pengujian XRD pada metal hasil proses reduksi, fasa fasa yang teridentifikasi yang ditunjukkan pada Tabel 4.6

**Tabel 4.6** Identifikasi Fasa pada Metal Hasil Proses Reduksi

Fasa	Rumus Kimia	PDF Number
<i>Nickel Iron</i>	$\text{Fe}_{0.7}\text{Ni}_{0.3}$	01-071-8326
<i>Magnesium Oxide</i>	$\text{MgO}_4$	00-027-0759
<i>Aluminum Silicate</i>	$\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$	00-002-1296
<i>Nickel Oxide</i>	$\text{NiO}$	01-073-1519

Hasil proses reduksi variasi waktu tahan 4 jam menghasilkan 2 hasil yang berupa metal dan serbuk. Pada



Gambar 4.5 (a) menunjukkan fasa - fasa yang terbentuk pada metal hasil proses reduksi yaitu pada puncak 2 $\theta$  44.71, 64.96, 82.36 merupakan fasa *Nickel Iron* sesuai dengan JCPDS card nomer 01-071-8326 selain itu pada puncak 2 $\theta$  35.52, merupakan fasa *Aluminum Silicate* ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$ ) sesuai dengan JCPDS card nomer 00-002-1296, fasa ini merupakan pengotor yang belum tereduksi oleh gas CO sehingga masih terikat pada metal hasil reduksi. Pada gambar hasil pengujian XRD hasil reduksi dengan variasi 4 jam, puncak tertinggi adalah fasa *Nickel Iron* ( $\text{Fe}_{0.7}\text{Ni}_{0.3}$ ), hal ini menunjukkan bahwa telah terjadi reaksi reduksi dengan adanya penyedia  $\text{CO}_2$  dari dolomit dan karbon dari batubara yang berperan dalam pembentukan gas CO reaksi boduard (2.18) sebagai gas reduktor yang akan mereduksi  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan  $\text{NiO}$  mejadi Fe dan Ni. Kemudian Fe dan Ni yang telah tereduksi kemudian akan bergabung membentuk *solid solution* besi nikel metalik seperti pada persamaan (2.24) dan (2.25) (Olli 1995). Kemudian besi dan nikel metalik yang telah terbentuk secara bertahap berkumpul dan membentuk partikel logam yang lebih besar.

Hasil proses reduksi variasi waktu tahan 6 jam menghasilkan 2 hasil yang berupa metal dan serbuk. Pada Gambar 4.5 (b) menunjukkan fasa - fasa yang terbentuk pada metal hasil proses reduksi yaitu pada puncak 2 $\theta$  44.72, 65.14, 82.40 merupakan fasa *Nickel Iron* sesuai dengan JCPDS card nomer 01-071-8326 selain itu pada puncak 2 $\theta$  43.32, merupakan fasa *Nickel Oxide* sesuai dengan JCPDS card nomer 01-073-1519. Pada gambar hasil pengujian XRD hasil reduksi dengan variasi 6 jam, puncak tertinggi adalah fasa *Nickel Iron* ( $\text{Fe}_{0.7}\text{Ni}_{0.3}$ ), hal ini menunjukkan bahwa telah terjadi reaksi reduksi dengan adanya penyedia  $\text{CO}_2$  dan karbon yang berperan dalam reaksi boduard untuk menghasilkan reduktor gas CO sehingga  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  tereduksi menjadi Fe dan  $\text{NiO}$  tereduksi menjadi Ni, Fe dan Ni yang telah tereduksi kemudian bergabung membentuk *solid solution* besi nikel metalik seperti pada persamaan (2.24) dan (2.26). Peningkatan intensitas fasa *Nickel Iron* menunjukkan bahwa terjadi peningkatan kandungannya, hal ini menunjukkan bahwa



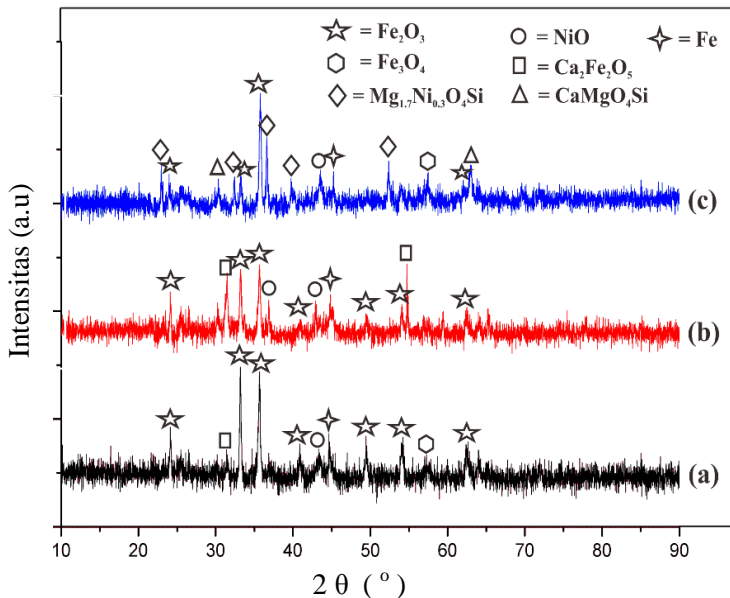
jumlah *Nickel Iron* yang terbentuk dengan waktu tahan 6 jam lebih besar dibanding dengan waktu tahan 4 jam.

Gambar 4.5 (c) menunjukkan fasa – fasa yang terbentuk pada metal hasil reduksi dengan variasi waktu tahan 8 jam. Fasa yang terbentuk antara lain adalah pada 2 $\theta$  42,81 merupakan fasa *Fe* sesuai dengan JCPDS card nomer 01-071-3763. Sedangkan pada 2 $\theta$  50,38 merupakan fasa *Ni*. Dari hasil XRD tidak terbentuk fasa *Nickel Iron*, hal ini dibuktikan dengan tidak adanya puncak yang menunjukkan senyawa *FeNi* namun terbentuk puncak masing masing unsur *Fe* dan *Ni*. Pada puncak 2 $\theta$  42,81 yang merupakan fasa *Fe* yang terjadi pelebaran bentuk puncak. Pelebaran puncak hasil XRD menunjukkan bahwa terjadinya bentuk kristal amorfus yang mempunyai struktur kristal tidak beraturan. Menurut Inoue (1995), padatan amorfus sering terjadi pada paduan karena beberapa faktor, salah satunya adalah dikarenakan pendinginan yang terlalu cepat sehingga struktur kristalin belum sempat terbentuk dan terkunci pada keadaan *glassy* sehingga disebut *glassy metal* atau amorfus metal. Pada waktu tahan 8 jam terbentuknya amorfus metal terbentuk dikarenakan dengan waktu 8 jam metal yang terbentuk mulai meleleh, saat meleleh susunan *lattice* 3D dari atom pada *solid* kristalin akan terusak. Dalam keadaan liquid urutan translasi dan orientasi kristalin *solid* tidak tertahan sehingga atom atom bervibrasi yang kemudian secara cepat dan konstan berinterdifusi. Setelah berinterdifusi satu sama lain, vitrifikasi atau pembentukan *glassy* dari *liquid* bisa terbentuk ketika *liquid* didinginkan dengan laju pendinginan cukup cepat untuk mengeluarkan derajat kristalisasi yang signifikan sehingga konfigurasi atomik yang tidak beraturan dari *liquid* terbentuk. Bentuk *glassy* mudah terbentuk pada sistem non metal seperti silika walaupun tanpa dibekukan dengan cepat, pada hasil dengan waktu tahan 8 jam terdapat kadar *Si* yang cukup tinggi sehingga memungkinkan terbentuknya amorfus metal walaupun tanpa didinginkan dengan cepat.





#### 4.7.2 Analisa XRD Hasil Proses Reduksi Berupa Serbuk



**Gambar 4.6** Hasil Pengujian XRD pada Serbuk Hasil Proses Reduksi Waktu Tahan (a) 4 jam, (b) 6 jam dan (c) 8jam

Gambar 4.6 merupakan hasil pengujian XRD pada serbuk hasil proses reduksi, fasa fasa yang teridentifikasi yang ditunjukkan pada Tabel 4.7.

**Tabel 4.7** Identifikasi Fasa pada Serbuk Hasil Proses Reduksi dengan Variasi Waktu Tahan

Fasa	Rumus Kimia	PDF Number
<i>Hematite</i>	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	00-003-0812 00-024-0072
<i>Magnetite</i>	$\text{Fe}_3\text{O}_4$	01-071-6337
<i>Iron</i>	Fe	01-071-3763
<i>Forsterite</i>	$\text{Mg}_{1.7}\text{Ni}_{0.3}\text{O}_4\text{Si}$	01-070-7060



<b>Calcium Iron Oxide</b>	$\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$	00-003-0804
<b>Nickel Oxide</b>	$\text{NiO}_{0.97}$	01-073-1519
<b>Calcium Magnesium Silicate</b>	$\text{CaMgO}_4\text{Si}$	00-035-0590

Gambar 4.6 (a) menunjukkan fasa - fasa yang terbentuk pada serbuk hasil proses reduksi yaitu pada puncak  $2\theta$  21.17, 33.16, 35.69, 40.88, 49.49, 54.01, 62.46 merupakan fasa hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) sesuai dengan *JCPDS card* nomer 00-003-0812 dan 00-024-0072. Hematit terbentuk dikarenakan reaksi dehidroksilasi dari senyawa *geothite* yang terdapat pada bijih nikel limonit seperti pada persamaan (2.6). Pada puncak  $2\theta$  57.21 merupakan fasa magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) sesuai *JCPDS card* nomer 01-071-6337. Fasa magnetit yang terbentuk dikarenakan reduksi dari besi hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) oleh gas CO yang berasal dari reaksi boduard, fasa hematit yang terbentuk tidak dominan dikarenakan gas reduktor yang digunakan untuk mereduksi senyawa hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) berkurang dikarenakan telah digunakan untuk mereduksi hematit dan nikel oksida sehingga menjadi besi nikel metalik. Pada puncak  $2\theta$  44.71 merupakan fasa *Iron* (Fe) sesuai *JCPDS card* nomer 01-071-3763. Fe yang terbentuk adalah Fe yang telah mengalami reaksi reduksi oleh gas CO, Fe yang telah tereduksi kemudian akan bermigrasi dan berkumpul dengan Fe metalik lain yang telah terbentuk sehingga akan terbentuk metal yang lebih besar. Pada puncak  $2\theta$  43.36 merupakan fasa *Nickel Oxide* (NiO) sesuai *JCPDS card* nomer 01-073-1519. Puncak NiO yang terlihat pada serbuk hasil XRD menunjukkan bahwa masih terdapat NiO yang belum tereduksi hal ini dimungkinkan karena kurangnya gas reduktor untuk mereduksi NiO. Pada puncak  $2\theta$  31.25 merupakan fasa *Calcium Iron Oxide* atau *Calcium Ferrite* ( $\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$ ) sesuai *JCPDS card* nomer 00-002-0936. Terbentuknya *calcium ferrite* dikarenakan adanya CaO hasil dekomposisi termal dari dolomit, reaksi yang terjadi antara CaO dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  akan membentuk  $\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$  (Babich dkk, 2008).

Gambar 4.6 (b) menunjukkan fasa – fasa yang terbentuk pada serbuk hasil reduksi dengan variasi waktu tahan 6 jam. Fasa



yang terbentuk antara lain pada puncak  $2\theta$  24.15, 33.21, 35.64, 40.84, 49.48, 54.01, 62.44, merupakan fasa Hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) sesuai dengan *JCPDS card* nomer 00-003-0812 dan 00-024-0072. Terbentuknya fasa hematit karena dehidroksilasi senyawa goethite. Fasa hematit kemudian akan direduksi oleh CO untuk menjadi magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), namun pada hasil XRD senyawa magnetit tidak terdeteksi pada hasil reduksi. Terbentuknya magnetit dipengaruhi oleh kadar MgO dan CaO. Saat kadar MgO tinggi maka akan terbentuk magnetit, namun dengan kadar CaO yang lebih tinggi akan menekan terbentuknya magnetit dikarenakan hematit  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  akan bereaksi dengan CaO membentuk *calcium ferrite* ( $\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$ ) (Gan, Fan and Chen 2015). Pada puncak  $2\theta$  31.44, 54.73, merupakan fasa *Calcium Iron Oxide* atau *calcium ferrite* ( $\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$ ) sesuai *JCPDS card* nomer 00-002-0936. Terbentuknya *calcium ferrite* dikarenakan adanya CaO hasil dekomposisi termal dari dolomit, reaksi yang terjadi antara CaO dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  akan membentuk  $\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$  (Babich, et al. 2008). Pada variasi waktu tahan 6 jam intensitas *calcium ferrite* lebih banyak dibanding waktu tahan 4 jam, *calcium ferrite* yang merupakan fasa yang diinginkan karena dapat meningkatkan kekuatan dan memiliki kemampuan reduksi yang baik hal ini menyebabkan Fe dan Ni semakin mudah tereduksi untuk menyepi partikel feronikel (Saltuk dkk 2013). Pada puncak  $2\theta$  36.86, 42.89 merupakan fasa *Nickel Oxide* (NiO) sesuai *JCPDS card* nomer 01-073-1519, fasa ini muncul akibat dehidroksilasi *geothite* dan belum sempat tereduksi menjadi Ni metal. Pada puncak  $2\theta$  44.95 merupakan fasa *Iron* (Fe) sesuai dengan *JCPDS card* nomer 01-071-3763, fasa iron terbentuk karena terjadi reaksi reduksi senyawa oksida besi yaitu hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) dan wustit ( $\text{FeO}$ ) menjadi Fe secara berurutan sehingga menjadi Fe.

Gambar 4.6 (c) menunjukkan fasa – fasa yang terbentuk pada serbuk hasil reduksi dengan variasi waktu tahan 8 jam. Fasa yang terbentuk antara lain pada puncak  $2\theta$  22.95, 25.58, 36.56, 39.76, 52.36, merupakan fasa *Forsterite* ( $\text{Mg}_{1.7}\text{Ni}_{0.3}\text{O}_4\text{Si}$ ) sesuai dengan *JCPDS card* nomer 01-070-7062. Fasa *forsterite* yang



terbentuk dikarenakan meningkatnya kadar silika yang berasal dari batubara akan reaksi dehidroksilasi *lizardite* ( $\text{Mg}_3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ ). Dengan semakin lamanya waktu tahan maka senyawa senyawa silika yang ada dari batubara atau hasil dehidroksilasi senyawa *lizardite* akan bereaksi membentuk fasa *forsterite* ( $\text{Mg}_{1.7}\text{Ni}_{0.3}\text{O}_4\text{Si}$ ). Menurut (J.Foster dkk.2016) fasa *forsterite* merupakan fasa yang sulit untuk direduksi hal ini akan menyebabkan ion Fe dan Ni akan masuk dan terjebak pada struktur fasa *forsterite* yang akan menyebabkan perolehan Fe dan Ni karena tidak dapat tereduksi. Pada puncak  $2\theta$  23.98, 33.23, 35.80, merupakan fasa Hematit sesuai dengan *JCPDS card* nomer 00-003-0812. Pada puncak  $2\theta$  30.39, 63.02 merupakan fasa *Calcium Magnesium Silicate* ( $\text{CaMgO}_4\text{Si}$ ) sesuai dengan *JCPDS card* nomer 00-035-0590. Sengawa *Calcium Magnesium Silicate* terbentuk dari ikatan antara  $\text{MgSiO}_4$  dari proses dehidroksilasi *lizardite* dan bereaksi dengan CaO dari dolomit ( $\text{MgSiO}_4 + \text{CaO} \rightarrow \text{CaMgO}_4\text{Si}$ ). Pada puncak  $2\theta$  43.51 merupakan fasa *Nickel Oxide* (NiO) sesuai dengan *JCPDS card* nomer 01-073-1519. Pada puncak  $2\theta$  44,79 merupakan fasa *Iron* (Fe) sesuai dengan *JCPDS card* nomer 01-071-3763 dan fasa Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) terletak pada puncak  $2\theta$  57,47 sesuai dengan *JCPDS card* nomer 01-071-6337 yang terbentuk karena tereduksinya hematit  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  oleh gas CO.

#### 4.8 Pengaruh Waktu Tahan Terhadap *Recovery* dari Fe dan Ni Hasil Proses Reduksi

Proses reduksi pada bijih nikel laterit limonit dilakukan untuk memisahkan nikel dengan unsur atau senyawa pengotor yang tidak diinginkan. Biasanya unsur yang penting dan terkandung dalam bijih nikel limonit adalah besi dan nikel. Suatu proses dikatakan optimal jika suatu proses reduksi mendapatkan perolehan (*recovery*) logam dengan persentase tinggi, persentase perolehan ini dihitung dari massa unsur awal dibanding dengan massa unsur hasil reduksi.



#### 4.8.1 Pengaruh Waktu Tahan Terhadap *Recovery* Nikel Hasil Proses Reduksi

Untuk mengetahui perolehan (*recovery*) nikel dilakukan dengan membandingkan massa nikel awal dengan massa nikel hasil proses reduksi. Massa Ni hasil proses reduksi yang dihitung adalah dari hasil metal dan serbuk, perhitungan massa Ni dilakukan dengan mengalikan kadar Ni dengan total massa perolehan hasil reduksi (metal dan serbuk). Perhitungan massa Ni hasil reduksi ditampilkan pada tabel 4.8., sedangkan perhitungan *recovery* Ni ditunjukkan pada persamaan 4.1.

**Tabel 4.8** Perhitungan Massa dan *Recovery* Ni Hasil Reduksi

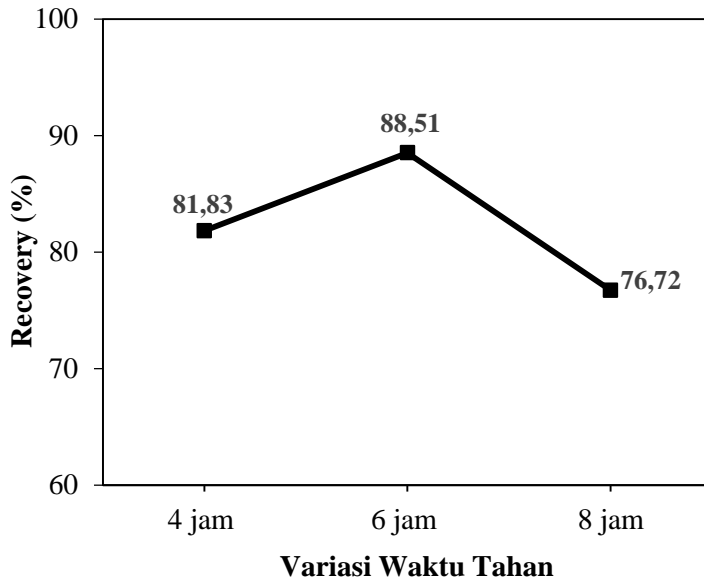
Waktu Tahan	Wo Ni (gr)	Wt Serbuk Total (gr)	Wt Metal Total (gr)	% Ni Metal	% Ni Serbuk	Wt Ni (gr)
4 jam	0,685	16	8	3,03	1,99	0,560
6 jam	0,685	21	5	4,69	1,77	0,606
8 jam	0,685	8,5	1	7,92	5,25	0,525

$$\%Recovery\ Ni = \frac{Massa\ Ni\ Akhir\ Proses\ Reduksi}{Massa\ Ni\ awal\ Bijih} \times 100\% \quad (4.1)$$

Dari Gambar 4.7 grafik *recovery* Ni setelah proses reduksi terlihat bahwa *recovery* naik dari waktu tahan 4 jam ke 6 jam, Kenaikan *recovery* Ni ini dikarenakan dengan waktu tahan 6 jam reaksi reduksi logam Ni semakin maksimal dengan adanya cukup gas CO sebagai gas reduktor, selain itu penambahan Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sebagai agen selektivitas juga mampu meningkatkan perolehan Ni sebagai akibat dari penurunan perolehan Fe yang berikatan dengan S membentuk FeS yang merupakan senyawa pengotor. Namun saat waktu tahan ditingkatkan dari 6 jam ke 8 jam dapat dilihat bahwa *recovery* Ni semakin menurun, hal ini mungkin disebabkan oleh munculnya fasa *forsterite* (Mg<sub>1.7</sub>Ni<sub>0.3</sub>O<sub>4</sub>Si) yang terbentuk saat waktu tahan ditingkatkan menjadi 8 jam yang terbaca pada pengujian XRD. Fasa *forsterite*



ini dapat menurunkan perolehan nikel dikarenakan fasa *forsterite* dapat menjebak unsur Ni dan Fe pada struktur fasanya. Fasa *forsterite* merupakan fasa yang sangat sulit untuk direduksi sehingga saat Ni telah terjebak maka akan sulit untuk dipisahkan lagi sehingga dapat menurunkan *recovery* Ni (Foster,dkk.,2016)



**Gambar 4.7** Pengaruh Waktu Tahan Terhadap *Recovery* Ni Setelah Proses Reduksi

#### 4.8.2 Pengaruh Waktu Tahan Terhadap *Recovery* Besi Hasil Proses Reduksi

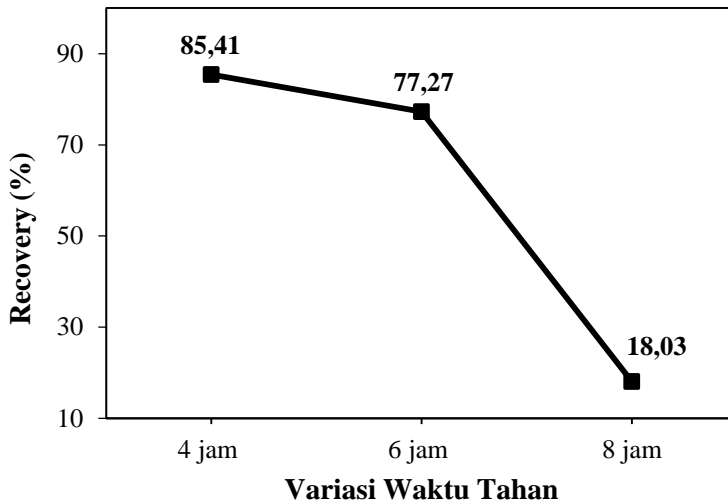
Untuk mengetahui perolehan (*recovery*) besi Fe dilakukan dengan membandingkan massa Fe awal dengan massa Fe hasil proses reduksi. Massa Ni hasil proses reduksi yang dihitung adalah dari hasil metal dan serbuk, perhitungan massa Fe dilakukan dengan mengalikan kadar Fe dengan total massa perolehan hasil reduksi (metal dan serbuk). Perhitungan massa Fe hasil reduksi ditampilkan pada tabel 4.9., sedangkan perhitungan *recovery* Fe ditunjukkan pada persamaan 4.2.



**Tabel 4.9** Perhitungan Massa dan *Recovery* Fe Hasil Reduksi

Waktu Tahan	W <sub>o</sub> Fe (gr)	W <sub>t</sub> Serbuk Total (gr)	W <sub>t</sub> Metal Total (gr)	% Fe Metal	%Fe Serbuk	W <sub>t</sub> Fe (gr)
4 jam	18,499	16	8	80,09	58,70	15,80
6 jam	18,499	21	5	67,68	51,95	14,29
8 jam	18,499	8,5	1	51,57	33,18	3,56

$$\% \text{ Recovery Fe} = \frac{\text{Massa Fe awal Bijih}}{\text{Massa Fe Akhir Proses Reduksi}} \times 100\% \quad (4.2)$$



**Gambar 4.8** Pengaruh Waktu Tahan Terhadap *Recovery* Fe Setelah Proses Reduksi

Dari Gambar 4.8 grafik *recovery* Fe setelah proses reduksi dapat dilihat bahwa *recovery* Fe semakin menurun dengan bertambahnya waktu. Penurunan *recovery* Fe ini disebabkan oleh pengaruh  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  sebagai agen selektivitas yang akan mengikat Fe dengan sulfur membentuk  $\text{FeS}$  (*triolit*) ini akan



menurunkan metalisasi Fe sehingga perolehan Fe akan berkurang (Guang Li, 2012). Selain itu dengan bertambahnya waktu tahan maka kandungan gas CO dalam atmosfer reduksi semakin berkurang, hal ini menyebabkan Fe yang telah tereduksi akan kembali teroksidasi menjadi besi oksida. Besi oksida ini dapat bereaksi dengan magnesium silikat yang membentuk fasa *forsterite*  $((Mg, Fe)_2SiO_4)$  sehingga Fe terjebak dalam fasanya dan sulit untuk direduksi kembali, sehingga perolehan Fe hasil reduksi menurun (Rudy dkk., 2016)

#### 4.9 Pengaruh Waktu Tahan Terhadap Faktor Selektivitas Hasil Proses Reduksi

Dalam proses reduksi bijih nikel laterit peningkatan kadar Ni dan Fe saling berpengaruh, artinya dengan meningkatnya kadar Fe akan menurunkan kadar Ni begitu pula sebaliknya, sehingga dalam upaya mendapatkan kadar Ni peningkatan kadar Fe harus dibatasi. Dalam proses reduksi bijih nikel laterit faktor selektivitas ini dipengaruhi oleh atmosfer reduksi dimana menurut semakin rendah atmosfer reduksi akan semakin meningkatkan faktor selektivitas (Pickles dkk., 2014). Faktor selektivitas pada penelitian menunjukkan kemampuan untuk mereduksi Ni dan Fe, dimana semakin tinggi kemampuan reduksi Ni dan semakin rendah kemampuan reduksi Fe akan meningkatkan nilai faktor selektivitas. Kemampuan reduksi dapat direpresentasikan dengan kadar Ni dan Fe hasil reduksi. Nilai faktor selektivitas yang dilakukan oleh beberapa peneliti sebelumnya ditampilkan pada Tabel 4.10., sedangkan faktor selektivitas pada penelitian ini ditampilkan pada Gambar 4.9.

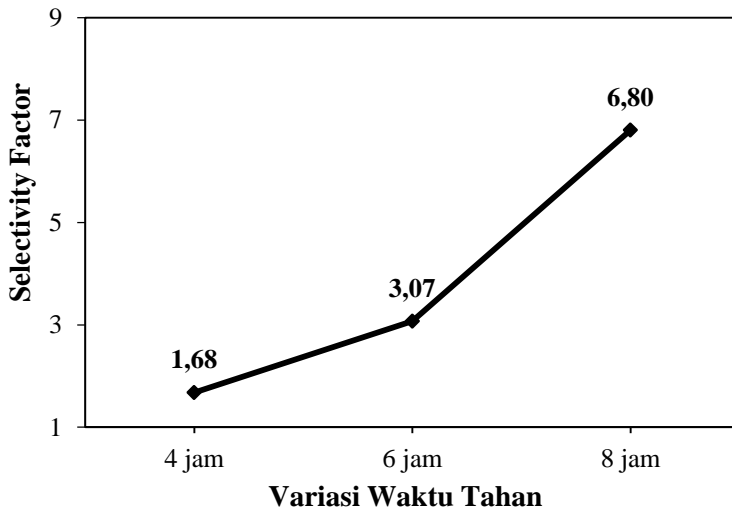
$$Selectivity = \frac{\% Fe \text{ awal} \times \% Ni \text{ Akhir}}{\% Ni \text{ awal} \times \% Fe \text{ akhir}} \quad (4.3)$$





**Tabel 4.10** Perbandingan *Selectivity Factor* Beberapa Penelitian

Nama Peneliti	Reduk tan	Aditif	Waktu Reduksi	Temperatur Reduksi	Selctivity Faktor
Zulfiandi (2016)	Batu - Bara	-	1 jam	1400	1,6
Rudi dkk (2016)	Batu - Bara	$\text{Na}_2\text{SO}_4$	1 jam	1000	1,87
R Elliot dkk (2016)	Batu - Bara	Sulfur	1 jam	1000	1,69
Shiwei dkk (2015)	Batu - Bara	NaCl	30 min	1200	1,25



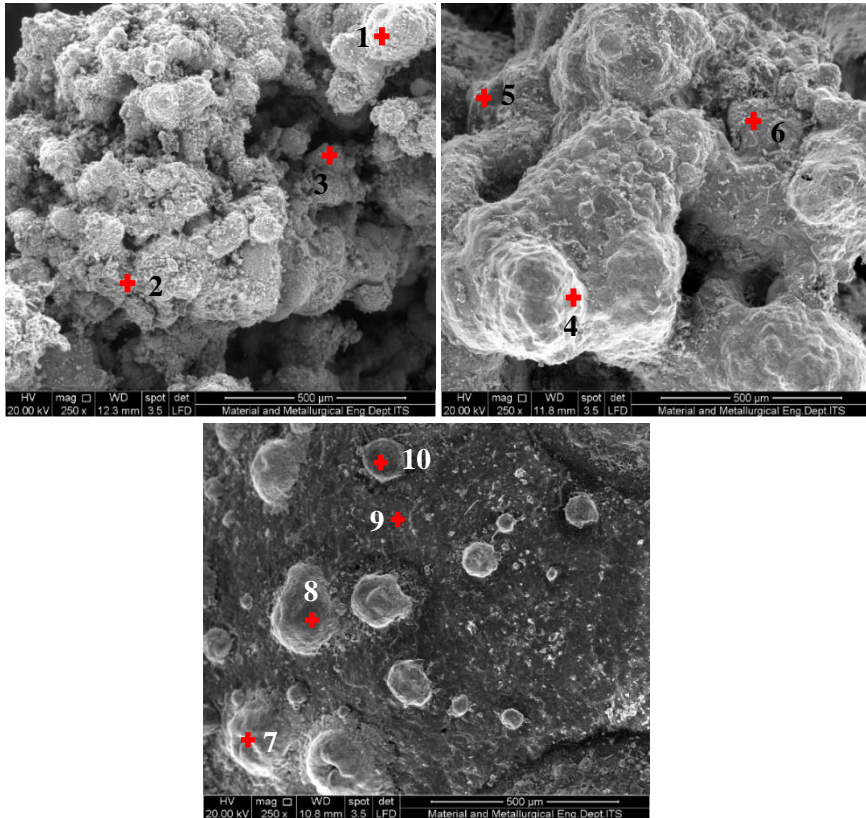
**Gambar 4.9** Nilai Faktor Selektivitas Hasil Proses Reduksi

#### 4.10 Pengaruh Variasi Waktu Tahan Terhadap Morfologi Hasil Proses Reduksi

Hasil proses reduksi dengan variasi waktu tahan dilakukan pengujian SEM untuk mengetahui morfologi dan perilaku pembentukan logam setelah dilakukan proses reduksi.



Pengujian SEM dilakukan dengan perbesaran 250x untuk mengetahui apakah hasil reduksi benar benar telah membentuk metal juga dilakukan penembakan pada spot tertentu dengan EDX.



**Gambar 4.10** Gambar Morfologi Hasil Proses Reduksi dengan Variasi Waktu Tahan (a) 4 jam, (b) 6 jam, (d) 8 jam

Dilakukan pengujian SEM (*Scanning Electron Microskop*) untuk melihat morfologi hasil reduksi. Terlihat beberapa perbedaan pada hasil reduksi dengan variasi waktu tahan. Gambar 4.10 (a) menunjukkan hasil reduksi dengan variasi waktu tahan 4



jam, terlihat memiliki bentuk permukaan yang tidak beraturan yang tersusun dari aglomerat - aglomerat dengan bentuk bulat tidak beraturan, dari Gambar 4.10. (a) menunjukkan bahwa aglomerat saling bergabung membentuk partikel yang lebih besar namun, masih terlihat daerah batas antara 2 aglomerat yang menempel, hal ini menunjukkan bahwa aglomerat masih belum menyatu dengan sempurna. Aglomerat ini sudah berupa metal yang telah tereduksi ditunjukkan dengan kandungan unsur pada uji EDX di beberapa spot dimana hasilnya menunjukkan kandungan Fe yang tinggi. Dengan berjalannya waktu aglomerat yang telah tereduksi kemudian mulai bermigrasi dan bergabung membentuk suatu aglomerat baru yang lebih besar (Zulfiandy,2016).

Pada Gambar 4.10. (b) merupakan gambar hasil pengujian SEM untuk hasil reduksi dengan variasi waktu tahan 6 jam dapat terlihat bahwa permukaannya lebih rata dibanding dengan waktu tahan 4 jam. Dari gambar dapat terlihat bahwa masih terdapat sisa-sisa aglomerat kecil yang menempel pada hasil reduksi, namun aglomerat terlihat menempel dengan ketat hal ini menandakan bahwa aglomerat mulai bergabung dan menyatu. Terlihat pada gambar bahwa permukaannya lebih solid dan daerah batas antar aglomerat telah menyatu sehingga membentuk suatu aglomerat yang lebih besar. Hal ini mengindikasikan bahwa dengan waktu tahan 6 jam aglomerat – aglomerat hasil reduksi telah menyatu dengan baik sehingga telah terbentuk suatu aglomerat baru yang lebih besar yang bisa disebut dengan partikel metal. Dari uji dengan EDX di beberapa spot terlihat bahwa rata-rata kadar Ni meningkat sedangkan kadar Fe menurun pada waktu tahan 6 jam dibanding dengan waktu tahan 4 jam hal ini karena adanya  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  yang mampu meningkatkan selektivitas reduksi Ni dengan menurunkan kadar Fe, dimana Fe akan terikat oleh sulfur yang berasal dari dekomposisi  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  sehingga membentuk senyawa  $\text{FeS}$ . Senyawa  $\text{FeS}$  merupakan pengotor sehingga tidak akan bermigrasi dan bergabung dengan aglomerat lainnya sehingga kadar Fe pada partikel metal menurun.



Gambar 4.10. (c) merupakan gambar hasil pengujian SEM hasil reduksi dengan waktu tahan 8 jam. Dari gambar dapat dilihat terdapat aglomerat – aglomerat logam berwarna *silver* terang yang tersebar pada matriks hitam yang merupakan senyawa non logam ditunjukkan pada pengujian spot nomer 9 yang mengandung banyak silika dan ini diindikasikan sebagai pengotor. Aglomerat tidak dapat berpindah dan bermigrasi dikarenakan adanya matriks silika padat yang menjebak dan menghalangi pergerakan aglomerat metal untuk bergabung. Matriks silika hitam padat diindikasikan adalah fasa *forsterite* ( $\text{Mg}_{1.7}\text{Ni}_{0.3}\text{O}_4\text{Si}$ ) yang muncul pada pengujian XRD yang dapat menjebak partikel Ni dan Fe pada senyawa ini, hal ini terlihat pada dari uji spot nomer 9 dimana pada matriks silika masih terdapat unsur Fe dan Ni didalamnya. Kemudian fasa *forsterite* ini akan menyatu membentuk solid yang akan menghalangi pergerakan aglomerat metal. Dengan terjebaknya partikel Ni dan Fe akan menyebabkan turunnya perolehan logam karena *forsterite* merupakan pengotor (Foster,2016), hal ini dibuktikan dengan perhitungan *recovery* hasil reduksi.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan hasil pengujian dan analisa data yang telah dilakukan maka dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut :

1. Penggunaan variasi waktu tahan mempengaruhi kadar Ni dalam pada hasil proses reduksi. Peningkatan kadar Ni tertinggi didapatkan saat briket direduksi dengan waktu tahan 8 jam, dengan peningkatan kadar Ni sebesar 5,84 %.
2. Penggunaan variasi waktu tahan mempengaruhi kadar Fe dalam pada hasil proses reduksi. Peningkatan kadar Fe tertinggi didapatkan saat briket direduksi dengan waktu tahan 4 jam, dengan peningkatan kadar Fe sebesar 24,72 %.
3. Penggunaan variasi waktu tahan mempengaruhi *recovery* Ni dan Fe pada hasil proses reduksi. *Recovery* Ni paling tinggi didapat dengan waktu tahan 6 jam yaitu sebesar 88,51%, sedangkan *recovery* Fe paling tinggi didapatkan dengan waktu tahan 4 jam yaitu sebesar 85,41%.
4. Dilihat dari morfologi hasil reduksi dengan variasi waktu tahan 6 jam mempunyai bentuk morfologi paling baik dengan terbentuknya aglomerat metal yang *solid* dan lebih besar
5. Dilihat dari segi peningkatan kadar Ni yang paling tinggi, *recovery* logam Ni dan Fe dan morfologi hasil reduksi yang paling baik, maka waktu tahan yang paling optimal adalah reduksi dengan variasi waktu tahan 6 jam.

#### **5.2 Saran**

1. Melakukan penelitian reduksi bijih nikel limonit dengan mempertimbangkan perbandingan gas CO/CO<sub>2</sub> dalam atmosfer reduksi.
2. Mempelajari mengenai mekanisme pemisahan Fe dan Ni pada proses reduksi nikel laterit limoniy.
3. Melakukan penelitian tentang mekanisme pembentukan partikel logam selama proses reduksi



*Halaman ini sengaja dikosongkan*

## DAFTAR PUSTAKA

- Astuti, Widi, Zulfiadi Zulhan, Achmad Shofi, Kusno Isnugroho, Fajar Nurjaman, dan Erik Prasetyo. (2012). Pembuatan Nickel Pig Iron (NPI) dari Bijih Nikel Laterit Indonesia Menggunakan Mini Blast Furnace. **Prosiding InSINas**, 70.
- Bolukbasi, O Saltuk, Baran Tufan, Turan Batır, and Akin Altun. "The Influence of Raw Material Composition on the Quality of Sinter." **Nature and Science** , 2013: 37-47.
- Babich, A., D. Senk, H.W Gudenau, dan K.Th Mavrommatis. (2008). **Ironmaking** . Aachen: Institut für Eisenhüttenkunde der RWTH Aachen,
- Bo Li, Hua Wang, Yonggang Wei. (2011). The reduction of nickel from low-grade nickel laterite ore using a solid-state. **Minerals Engineering**, 1556–1562.
- Brian H., Bowen M. W. (2008). **COAL CHARACTERISTICS The Energy Center at Discovery Park**. West Lafayette: Purdue University.
- Crundwell, F. K. (2011). **Extractive Metallurgy of Nickel, Cobalt and Platinum-Group Metals**. Amsterdam: Elsevier Ltd.
- D.Q. Zhu , Y. Cui dkk. (2012). Upgrading low nickel content laterite ores using selective reduction followed by Magnetic Separation. **International Journal of Mineral Processing**, 106–109.
- Engler, P., Santana ,M. W Mittleman, M.L., Balazs D. (1998). Non-Isotherma In Situ XRD Analysis Of Dolomit Decomposition. **The Ringaku Journal** , vol. 2, 3-8.
- Gan, Min, Xiaohui Fan, dan Xuling Chen. (2015). "Calcium Ferrite Generation During Iron Ore Sintering — Crystallization Behavior and Influencing Factors. **Natural Science**. 50-62.
- Geerdes, Maarten, Hisko Toxopeus, and Cor van der Vliet. (2009). **Modern Blast Furnace Ironmaking an Introduction**. Amsterdam: IOS Press BV.

- Gupta, R. (2010). **Theory And Laboratory Experiments In Ferrous Metallurgy**. New Delhi: PHI Learning Private Ltd.
- J, B. (2010). Drivers and risks for nickel demand. *7th International China Nickel Conference*. Shanghai.
- J. Forster, C.A. Pickles , R. Elliott,. (2016). Microwave carbothermic reduction roasting of a low grade nickeliferous silicate laterite ore, **Minerals Engineering**. Vol. 88, pp. 18–27,
- Jang, Kyoung-oh, Venkata R.M., Sarath Hapugoda. (2014). Chemical and Mineral Transformation of a Low Grade Goethite Ore. **Minerals Engineering**, vol. 60, 14-22
- Jie Lu, Shoujun Liu , Ju Shangguan , Wenguang Du , Feng Pan , Song Yang . (2013). The effect of sodium sulphate on the hydrogen reduction process of nickel laterite ore. **Minerals Engineering**, Vol. 49, pp. 154-164.
- Jungah, K., Gjergj D., Hideaki T., Katsunori O., Seiji M., Toyohisa F. (2010). Calcination of low-grade laterite for concentration of Ni by magnetic separation. **Minerals Engineering**, vol 23, 282–288.
- King, M. (2005). Nickel laterite technology – finally a new dawn? **JOM** 57, 35–39.
- Kyle, J. (2010). Nickel laterite processing technologies. **Nickel/Cobalt/Copper Conference**. Perth, Western Australia: In: ALTA.
- Li, Guang H., Shi T.M., Rao M.J., Kiang T., Zhang Y.B,. (2012). Beneficiation of nickeliferous laterite by reduction roasting in the presence of sodium sulfate. **Mineral Engineering**, Vol. 32, pp.19–26,.
- M. Kumar, S. Jena, dan S. K. Patel. (2008). Characterization of properties and reduction behavior of iron ores for application in sponge ironmaking. **Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review**, vol. 29, no. 2, pp.118–129



- Mudd, G. M. (2009). **NICKEL SULFIDE VERSUS LATERITE : THE HARD SUSTAINABILITY CHALLENGE REMAINS** . Clayton, Victoria, Australia: Environmental Engineering, Department of Civil Engineering, Monash University.
- Oxley, A., Barcza N. (2013). Hydro-pyro integration in the processing of nickel laterites. **Mineral Engineering**, 54, 2–13.
- Rhamdhani, M.A., Chen J., Hidayat T., Jak E., Hayes P. (2009). Advances in research on nickel production through the caron process. **Proceeding European Metall Conference**, hal. 899–913.
- Rudi Subagja, Agus Budi. P., Wahyu MS. (2016). Peningkatan Kadar Nikel Dalam Laterit Jenis Limonit Dengan Cara Peletasi, Pemangangan Reduksi dan Pemisahan Magnet Campuran Bijih Batu Bara dan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ . **Metalurgi**, 103-115.
- Siti Rochani dan Nuryadi Saleh. (2013). **TEKNOLOGI PENGOLAHAN DAN PEMURNIAN NIKEL**. Jakarta: Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Mineral dan Batubar.
- Stephenson, R. L. (1980). **Direct Reduces Iron (Technology and Economics of Production and Use)**. USA: Iron and Steel Society of AIME.
- Whittington, B. M. (2000). Pressure acid leaching of nickel laterites. **Extractive Metall. Rev.: International Journals**, 527–599.
- XU Bin, HOU Tong, CHEN Xuling, LI Qia, JIANG Tao, LI Peng. (2013). Effect of dolomite on reduction swelling property of iron ore pellets. **Springer**, 2806–2810.
- Yildirim, Halil, Hakan Morcali, Ahmet Turan. (2013). Nickel Pig Iron Production from Lateritic Nickel Ores. **Ferronickel Production and Operation**, 237.
- Zulfiadi Zulhan and Ian Gibranata. (2016). Direct reduction of low grade nickel laterite ore to produce ferronickel using

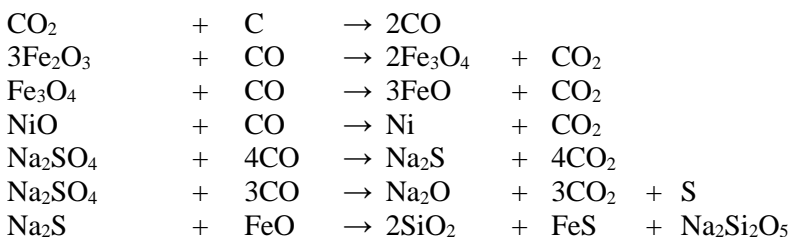
isothermal. **Proceedings of the 1st International Process Metallurgy Conference** (pp. 040003-1–040003-9). American Institute of Physics.



## LAMPIRAN

### A. Perhitungan Stoikiometri Briket Variasi Tanpa Fluks

Pada setiap reaksi kimia diperlukan kesetimbangan rumus molekul untuk senyawa kimia dengan persamaan stoikiometri. Pada proses reduksi laterit terdapat beberapa reaksi kimia yang terlibat, seperti reduksi, dekomposisi, reaksi Boudouard. Persamaan reaksi yang terjadi dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:



Data yang dibutuhkan dalam perhitungan komposisi material

#### 1. Bijih Nikel Laterit

Dari data pengujian EDX, diperoleh presentase berat elemen-elemen yang terkandung didalam bijih nikel laterit.

Hasil EDX Nikel Laterit

Unsur	Ni	Fe	Si	Mg	Ca	Al	Mn	Cr
% Wt	1.25	55.37	1.94	0.42	0.46	5.01	0.886	1.54

Dari data pengujian XRD, mineral-mineral kompleks yang terkandung dalam laterit diolah menjadi senyawa oksida, antara lain :

- Hematite ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )
  - Nikel oksida ( $\text{NiO}$ )
2. Batu bara



Dari data pengujian *proximate analysis (fixed carbon)* diperoleh konsentrasi 42,35 %.

Dari kadar unsur dalam laterit, maka jumlah  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan  $\text{NiO}$  diketahui dengan cara sebagai berikut :

- Berat  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dalam lateri  
$$\begin{aligned}\% \text{Wt } \text{Fe}_2\text{O}_3 &= \frac{\text{Mr } \text{Fe}_2\text{O}_3}{2 \text{ Ar Fe}} \times \% \text{Wt Fe} \\ &= \frac{159,69}{55,847} \times 55,37\% = 79,113 \%\end{aligned}$$
- Berat  $\text{NiO}$  dalam laterit  
$$\begin{aligned}\% \text{Wt } \text{NiO} &= \frac{\text{Mr } \text{NiO}}{\text{Ar Ni}} \times \% \text{Wt Ni} \\ &= \frac{74,7094}{58,71} \times 1,25 \\ &= 1,59 \%\end{aligned}$$

Dari perhitungan diperoleh presentase  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan  $\text{NiO}$  dalam laterit. Jika diasumsikan dalam 100 gram ore maka terdapat

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 = 79,113 \text{ gram}$$

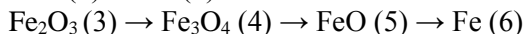
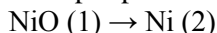
$$\text{NiO} = 15,90 \text{ gram}$$

Dari massa kedua senyawa maka diperoleh jumlah mol yang terkandung dalam lateri

$$\begin{aligned}\text{Fe}_2\text{O}_3 &= \frac{\text{massa } \text{Fe}_2\text{O}_3}{\text{Mr } \text{Fe}_2\text{O}_3} \\ &= \frac{79,113}{159,69} \\ &= 0,495 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{NiO} &= \frac{\text{massa } \text{NiO}}{\text{Mr } \text{NiO}} \\ &= \frac{15,906}{74,7094} \\ &= 0,0195 \text{ mol}\end{aligned}$$

Dalam penelitian ini reduksi nikel oksida dan besi oksida pada laterit bertahap seperti berikut.



Dengan target reduksi  $\text{Fe}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Fe}_3\text{O}_4 = 100 \%$

reduksi  $\text{Fe}_3\text{O}_4 \rightarrow \text{FeO} = 100 \%$

reduksi  $\text{FeO} \rightarrow \text{Fe} = 100\%$

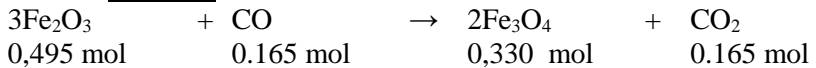
reduksi  $\text{NiO} \rightarrow \text{Ni} = 100 \%$



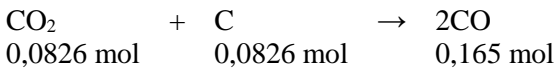
Natrium sulfat ditambahkan sebesar 10% dari massa total briket untuk meningkatkan agregasi dari Fe-Ni.

Dari skema reaksi di atas dapat diketahui berapa mol gas CO yang dibutuhkan untuk reaksi dan berapa mol C untuk membentuk bereaksi dengan CO<sub>2</sub> membentuk gas CO yang harus bereaksi dengan C batu bara.

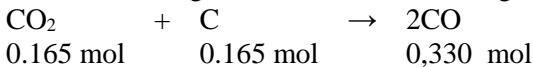
**a. Reaksi 1**



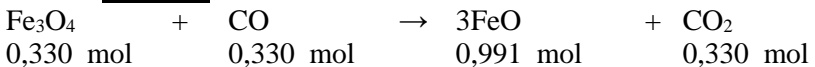
Reaksi Boduard



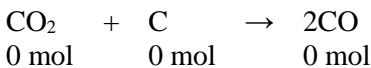
Reaksi gas CO<sub>2</sub> hasil reaksi 1 dengan C batu bara



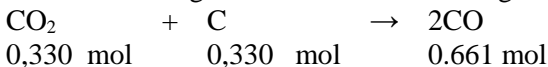
**b. Reaksi 2**



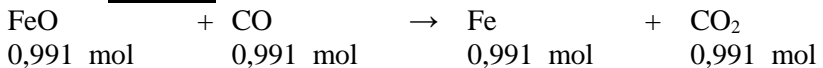
Reaksi Boduard



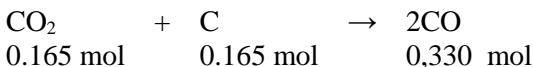
Reaksi gas CO<sub>2</sub> hasil reaksi 2 dengan C batu bara



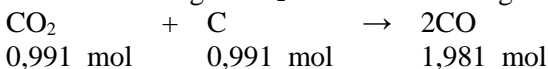
**c. Reaksi 3**



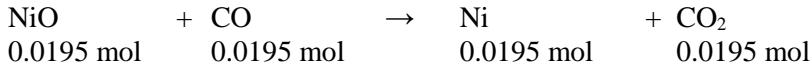
Reaksi Boduard



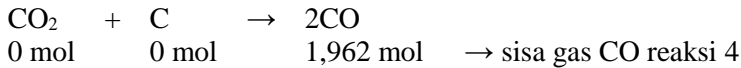
Reaksi gas CO<sub>2</sub> hasil reaksi 3 dengan C batu bara



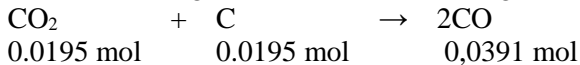
**d. Reaksi 4**



Reaksi Boduard



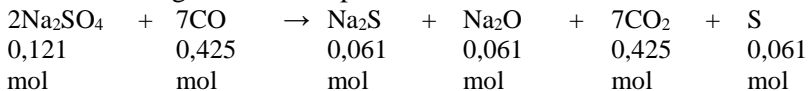
Reaksi gas CO<sub>2</sub> hasil reaksi 3 dengan C batu bara



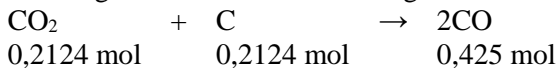
Sisa total gas CO = 0,0391 + 1,962 = **2,001 mol**

#### **e. Reaksi 5**

Semisal diketahui kebutuhan Natrium sulfat sebesar 10% berat briket 17,239 gram, maka diperoleh sebesar 0,121 mol.



Reaksi gas CO<sub>2</sub> hasil reaksi 4 dengan C batubara



#### **Perhitungan Kebutuhan Batubara**

Total mol C = 0,0826 + 0,165 + 0 + 0,330 + 0,165 + 0,991 + 0,0195 + 0,2124 + 0,425 = 2.39 mol

Massa C yang dibutuhkan = total mol C x Ar C  
 = 22.39 mol × 12,01115 = 28,71 gram

Massa batu bara yang dibutuhkan =  $\frac{100}{42,35\%} \times \text{massa C}$   
 =  $\frac{100}{42,35\%} \times 28,71$   
 = 67,56 gram

Pembulatan jumlah batu bara dijadikan sebesar 68 gram.

#### **Perhitungan Kebutuhan Dolomit**

Dari data pengujian XRF, diperoleh persentase berat elemen-elemen yang terkandung di dalam batu kapur yang diperoleh dari Gresik, Jawa Timur.



Tabel 1 Hasil EDX Dolomit

No.	Elemen	Rumus Kimia	Komposisi (%)
1.	Kalsium Oksida	CaO	25.21
2.	Magnesium Oksida	MgO	24.23

Dari data pengujian XRD, terdapat mineral – mineral lain yang terkandung dalam batu kapur adalah dolomite ( $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ )

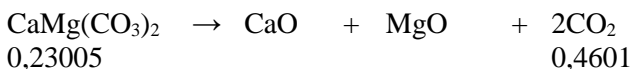
#### Perhitungan Kebutuhan Fluks Dolomit

Mempertimbangkan kebutuhan gas  $\text{CO}_2$  untuk reaksi bodouard. Batu kapur berperan sebagai penyedia gas  $\text{CO}_2$  untuk reaksi bodouard yang akan menghasilkan gas reduktor  $\text{CO}$ , maka  $\text{CO}_2$  yang dihasilkan dari dekomposisi termal pada dolomit perlu direaksikan dengan  $\text{C}$  pada batu bara, sehingga akan diberi penambahan batu bara pada briket variasi fluks dolomit.

#### Perhitungan jumlah gas $\text{CO}_2$

$$\begin{aligned}\text{Total mol CO}_2 &= 0,0826 + 0 + 0,165 + 0,2124 \\ &= 0,4601 \text{ mol}\end{aligned}$$

Reaksi dekomposisi termal yang terjadi pada dolomit yaitu :



$$\begin{aligned}\text{Massa Dolomit} &= \text{mol} \times \text{Mr CaMg}(\text{CO}_3)_2 \\ &= 0,23005 \times 184,405 \\ &= 42,42 \text{ gram}\end{aligned}$$

#### Perhitungan Kebutuhan Natrium Sulfat

Natrium sulfat yang ditambahkan yaitu sebesar 10% dari massa total briket sebelum penambahan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ .

$$\begin{aligned}\text{Massa total briket tanpa Na}_2\text{SO}_4 &= \text{massa ore} + \text{massa batu bara} + \\ &\quad \text{massa dolomit} \\ &= 100 \text{ gram} + 49,55 \text{ gram} + 22,84\end{aligned}$$



= 172,39 gram

Maka, massa natrium sulfat yang ditambahkan sebesar 17,239 gram

### **Perhitungan Kebutuhan Kanji**

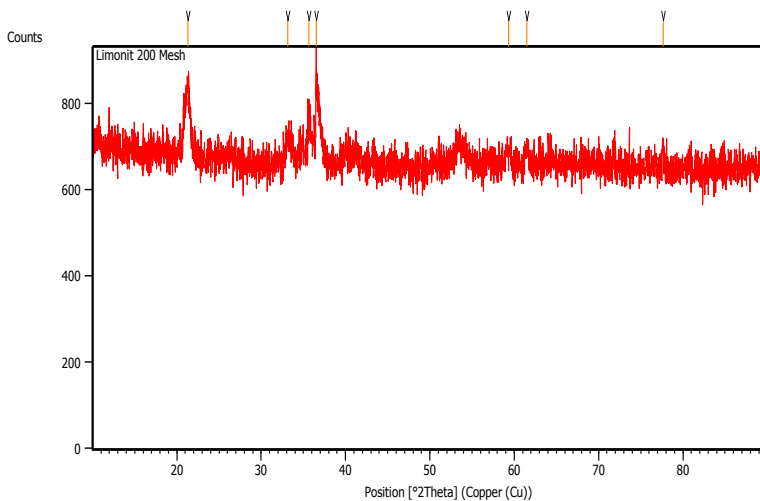
Kanji yang ditambahkan sebagai pengikat pada pembentukan briket sebesar 3 % dari massa campuran briket. Dengan komposisi ore 100 gram, batu bara 67,56 gram, natrium sulfat 17,239 gram, maka kanji yang ditambahkan sebesar 5,54 gram

*Sehingga rasio perbandingan pembuatan briket komposisi ore : batu bara :  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  : kanji yaitu 100 : 67,56 : 17,239 : 5,54.*

*Sedangkan rasio perbandingan komposisi ore : batu bara : dolomit :  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  : kanji yaitu 100 : 67,56 : 43,43 : 17,239 : 5,54.*

## **D. Hasil Pengujian XRD**

### **a. Hasil Uji XRD Bijih Nikel Limonit**



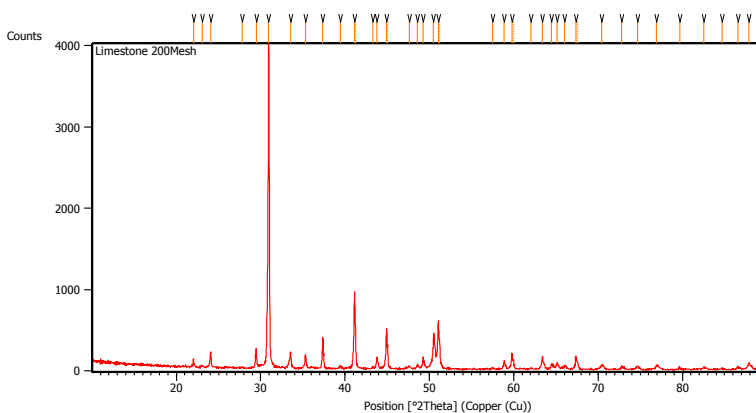




**Peak List :**

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
21.3319	162.50	0.4684	4.16536	59.17
33.1447	60.69	0.5353	2.70290	22.10
35.6694	105.51	0.2007	2.51717	38.42
36.5204	274.63	0.0502	2.46044	100.00
59.3184	30.95	0.5353	1.55795	11.27
61.4627	34.32	0.5353	1.50864	12.50
77.6681	39.86	0.4015	1.22943	14.51

**b. Hasil Uji XRD Batu Kapur Dolomit**



**Peak List :**

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
22.0253	96.98	0.0836	4.03577	2.41
23.0640	20.57	0.2007	3.85633	0.51
24.0750	194.18	0.0669	3.69663	4.82
27.8354	10.58	0.2007	3.20519	0.26
29.4675	241.94	0.1171	3.03127	6.01
30.9404	4025.23	0.1004	2.89025	100.00
33.5214	198.52	0.0836	2.67338	4.93

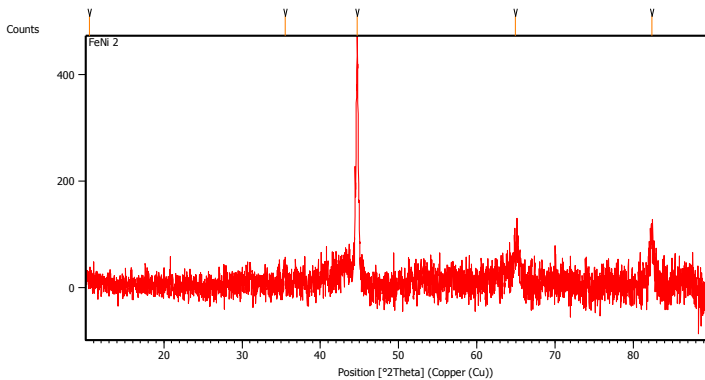


*Laporan Tugas Akhir*  
*Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS*

35.2988	170.14	0.1004	2.54274	4.23
37.3602	380.36	0.0836	2.40704	9.45
39.4620	31.78	0.1338	2.28355	0.79
41.1198	943.84	0.1224	2.19342	23.45
41.2406	491.06	0.0612	2.19271	12.20
43.2661	21.03	0.1632	2.08945	0.52
43.7884	142.23	0.0816	2.06573	3.53
44.9227	494.58	0.1020	2.01617	12.29
45.0616	260.36	0.0612	2.01528	6.47
47.5962	35.20	0.1632	1.90897	0.87
48.5714	49.76	0.1224	1.87290	1.24
49.2485	133.08	0.0816	1.84872	3.31
50.4901	387.48	0.1428	1.80613	9.63
51.0620	566.64	0.1224	1.78724	14.08
51.2255	338.04	0.0612	1.78634	8.40
57.5178	15.27	0.2448	1.60104	0.38
58.8791	102.10	0.1224	1.56723	2.54
59.8041	196.15	0.1428	1.54518	4.87
59.9851	116.90	0.0612	1.54477	2.90
62.0630	12.17	0.4896	1.49425	0.30
63.4062	153.55	0.1020	1.46579	3.81
64.4703	62.17	0.1632	1.44414	1.54
65.1337	66.92	0.2448	1.43103	1.66
66.0429	53.28	0.1632	1.41351	1.32
67.3645	172.51	0.1428	1.38896	4.29
67.6030	82.52	0.1224	1.38808	2.05
70.4225	45.24	0.2448	1.33595	1.12
72.8225	38.38	0.1224	1.29772	0.95
74.6692	43.69	0.2856	1.27014	1.09
76.9099	47.27	0.2040	1.23862	1.17
79.6817	30.40	0.1632	1.20236	0.76
82.5618	31.60	0.3264	1.16756	0.79
84.6788	9.42	0.9792	1.14369	0.23
86.5982	28.35	0.1632	1.12320	0.70
87.8726	83.43	0.2856	1.11017	2.07
89.2212	28.87	0.4080	1.09685	0.72



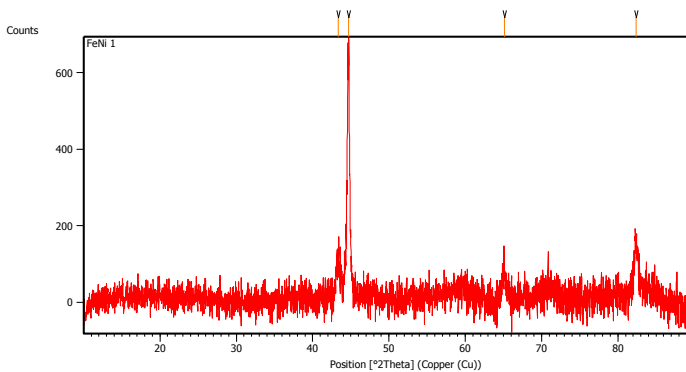
**c. Hasil Uji XRD Hasil Reduksi Waktu Tahan 4 Jam**



**Peak List:**

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
10.4655	10.94	0.8029	8.45311	2.62
35.5239	24.57	0.4015	2.52714	5.88
44.7103	418.11	0.1171	2.02693	100.00
64.9640	61.10	0.6691	1.43554	14.61
82.3570	101.37	0.5353	1.17091	24.24

**d. Hasil Uji XRD Hasil Reduksi Waktu Tahan 6 Jam**

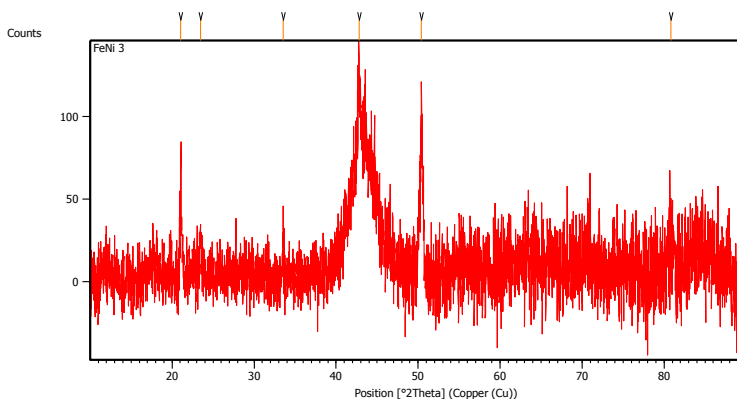




**Peak List:**

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
43.3299	104.15	0.4015	2.08825	15.53
44.7256	670.70	0.0669	2.02627	100.00
65.1401	92.29	0.4015	1.43209	13.76
82.4025	131.06	0.5353	1.17038	19.54

**e. Hasil Uji XRD Hasil Reduksi Waktu Tahan 8 Jam**



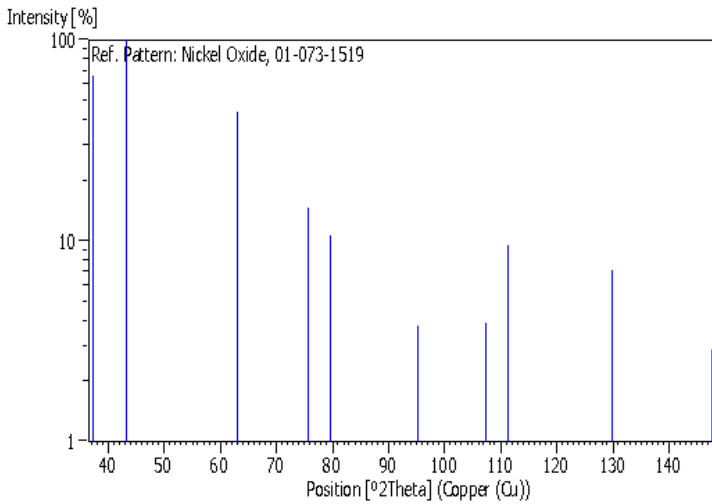
**Peak List:**

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
21.0302	52.50	0.1338	4.22444	62.35
23.4473	30.36	0.2007	3.79415	36.06
33.5590	26.42	0.2007	2.67047	31.38
42.8063	74.02	0.2676	2.11257	87.91
50.3762	84.19	0.2007	1.81145	100.00
80.8320	17.09	0.8029	1.18911	20.30

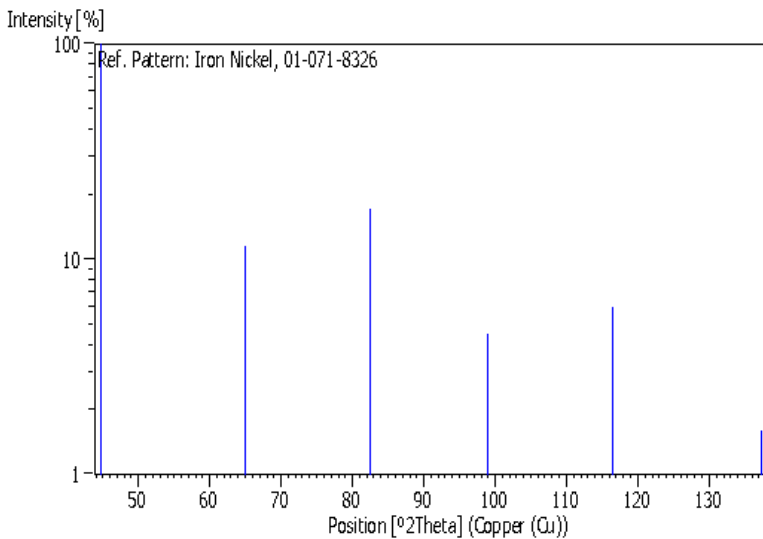


## E. JCPDS Card

### a. 01-073-1519 (Nickel Oxide)

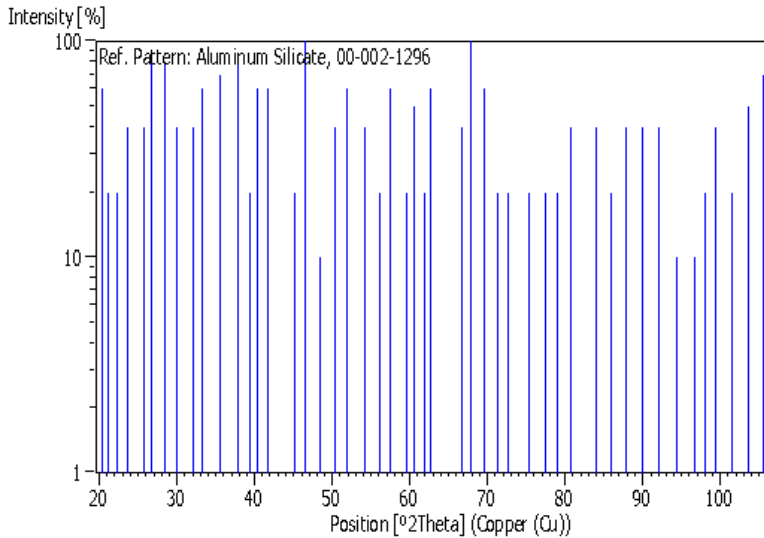


### b. 01-071-8326 (Nickel Iron)

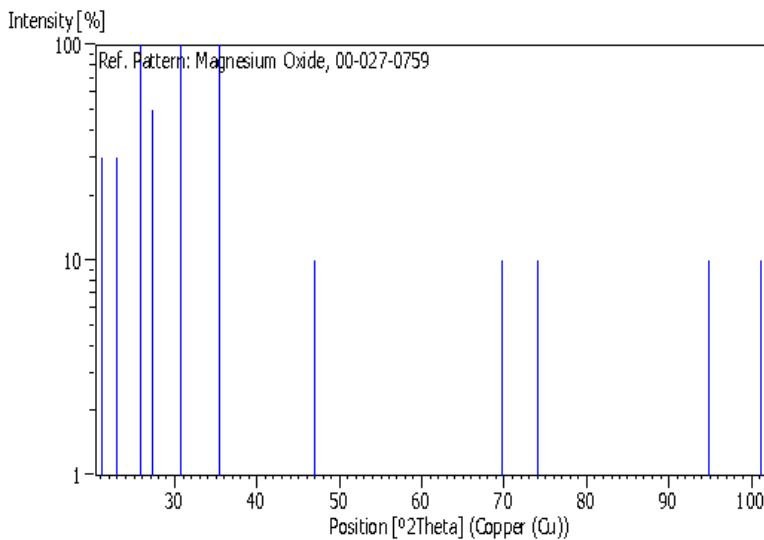




**c. 00-002-1296 (Aluminum Silicate)**

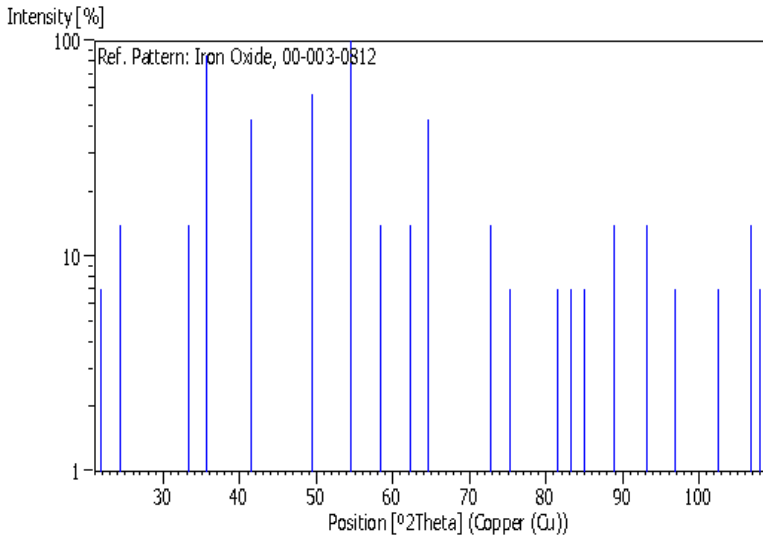


**d. 00-027-0759 (Magnesium Oxide)**

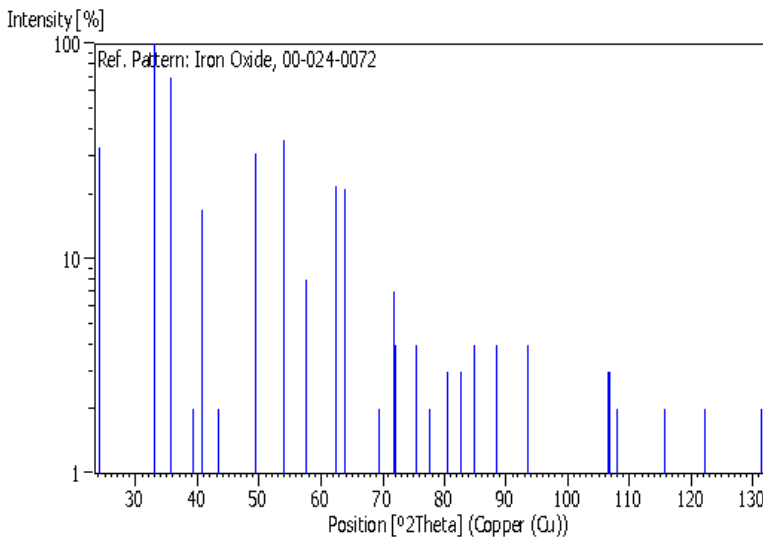




**e. 00-003-0812 (Hematite)**

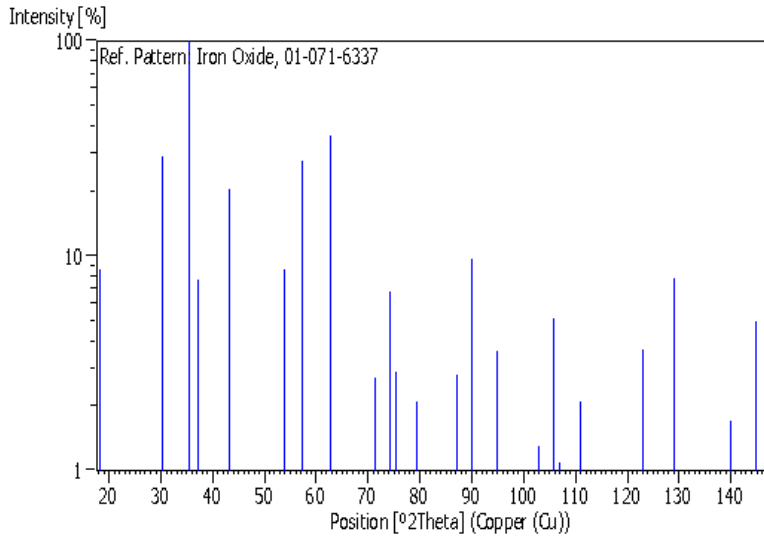


**f. 00-024-0072 (Hematite)**

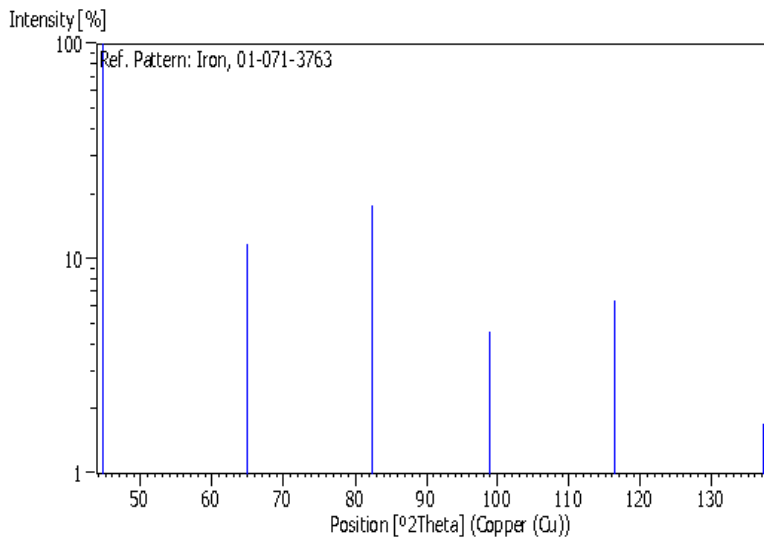




**g. 01-071-6337 (Magnetite)**



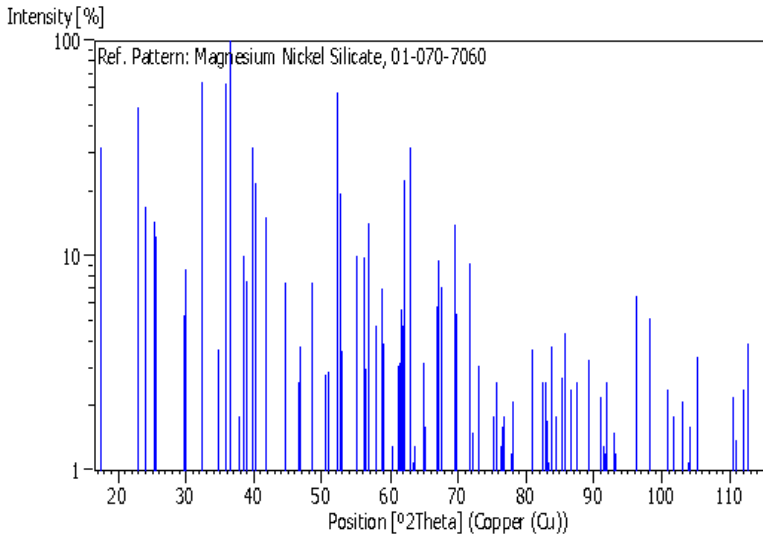
**h. 01-071-3763 (Iron)**



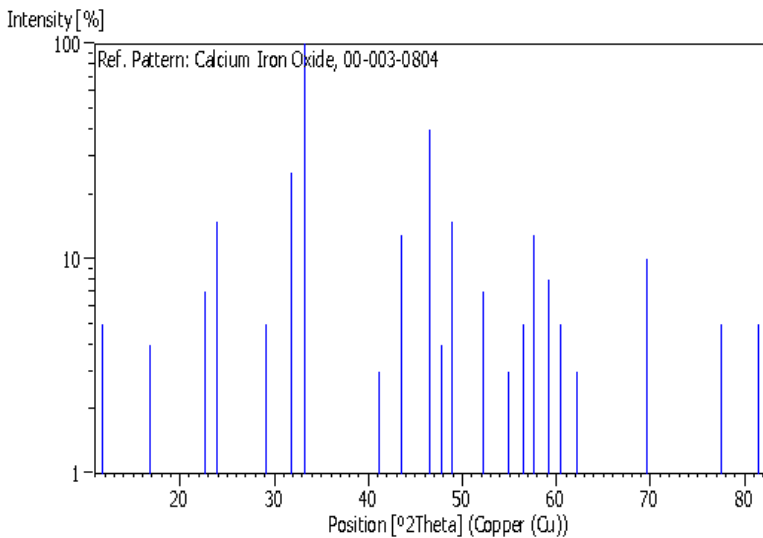




**i. 01-070-7060 (Forsterite)**

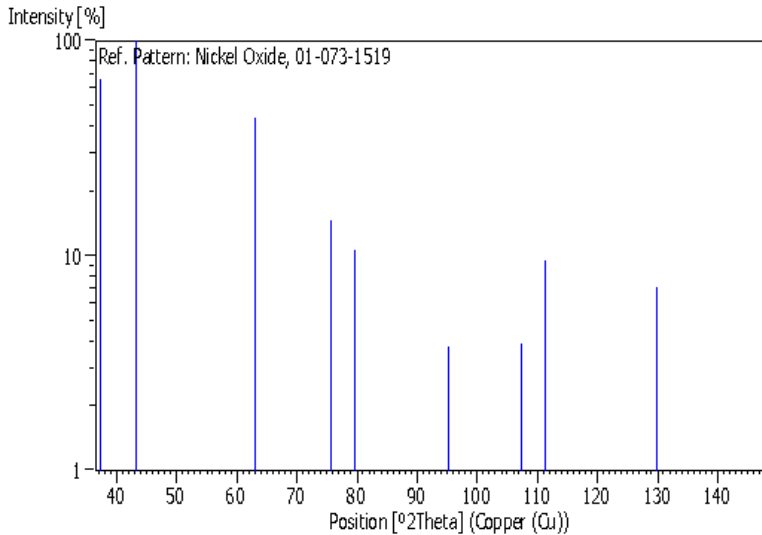


**j. 00-003-0804 (Calcium Iron Oxide)**

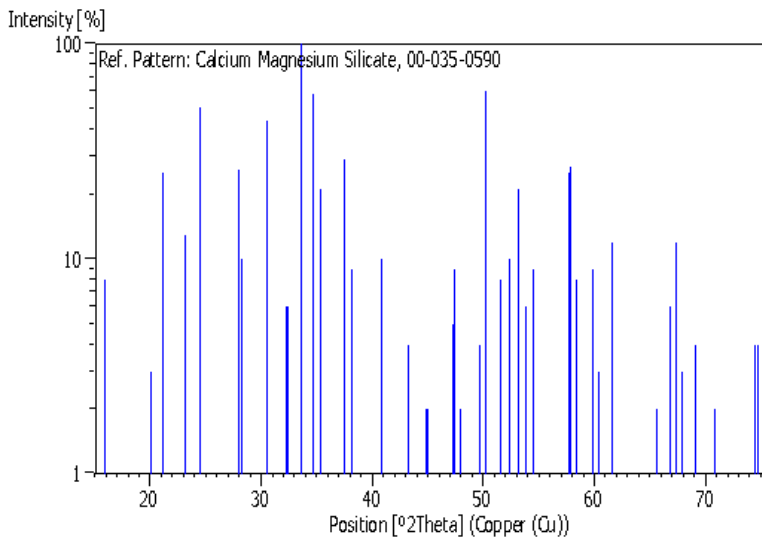




**k. 01-073-1519 (Nickel Oxide)**



**l. 00-035-0590 (Calcium Magnesium Silicate)**

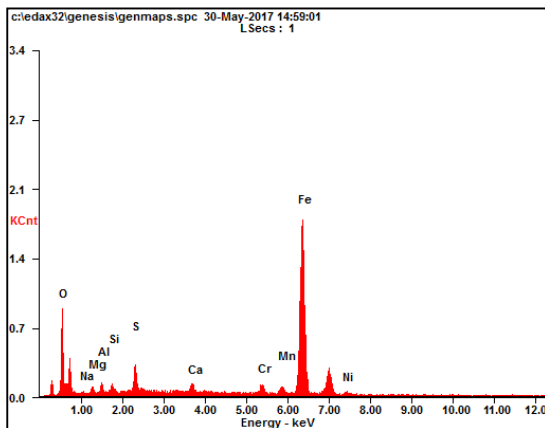




## F. Hasil Pengujian EDX

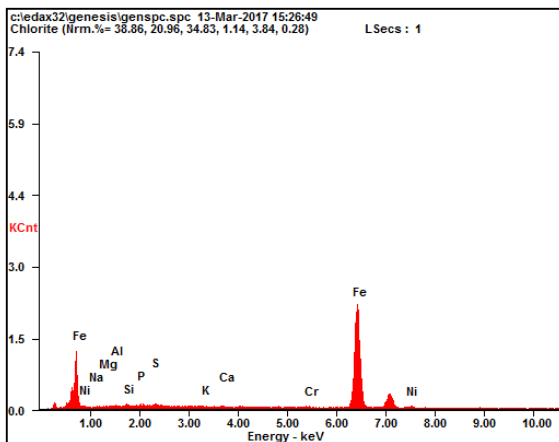
### 1 Hasil EDX Waktu Tahan 4 Jam

<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
<i>OK</i>	11.62	29.38
<i>NaK</i>	00.78	01.37
<i>MgK</i>	01.78	02.96
<i>AlK</i>	01.58	02.36
<i>SiK</i>	01.23	01.78
<i>SK</i>	02.82	03.55
<i>CaK</i>	01.44	01.46
<i>CrK</i>	02.52	01.96
<i>MnK</i>	02.46	01.81
<i>FeK</i>	71.84	52.04
<i>NiK</i>	01.93	01.33



### 2 Hasil EDX Waktu Tahan 6 Jam

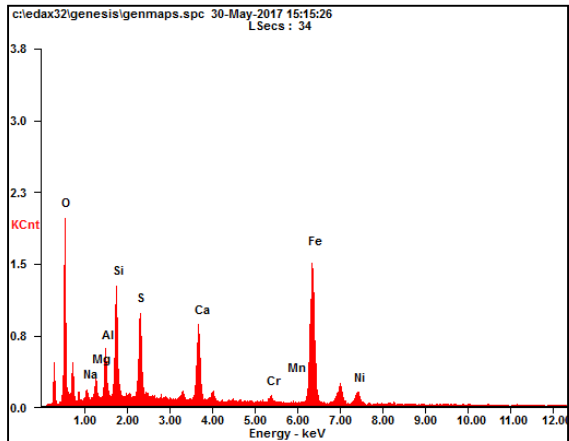
<i>Element</i>	<i>Wt %</i>	<i>At %</i>
<i>NaK</i>	01.02	01.95
<i>MgK</i>	04.68	08.52
<i>AlK</i>	07.41	12.15
<i>SiK</i>	06.22	09.81
<i>P K</i>	00.36	00.51
<i>S K</i>	04.87	06.73
<i>K K</i>	00.56	00.64
<i>CaK</i>	01.59	01.76
<i>CrK</i>	00.91	00.77
<i>FeK</i>	67.68	53.63
<i>NiK</i>	04.69	03.54





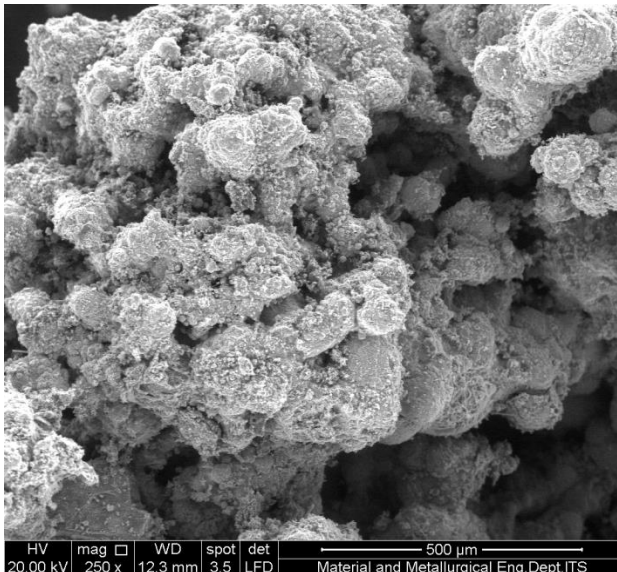
### 3 Hasil EDX Waktu Tahan 8 Jam

Element	Wt%	At%
OK	21.99	42.53
NaK	01.35	01.81
MgK	02.45	03.11
AlK	04.04	04.63
SiK	08.71	09.60
SK	06.41	06.19
CaK	07.92	06.11
CrK	01.19	00.71
MnK	00.18	00.10
FeK	40.23	22.29
NiK	05.53	02.91



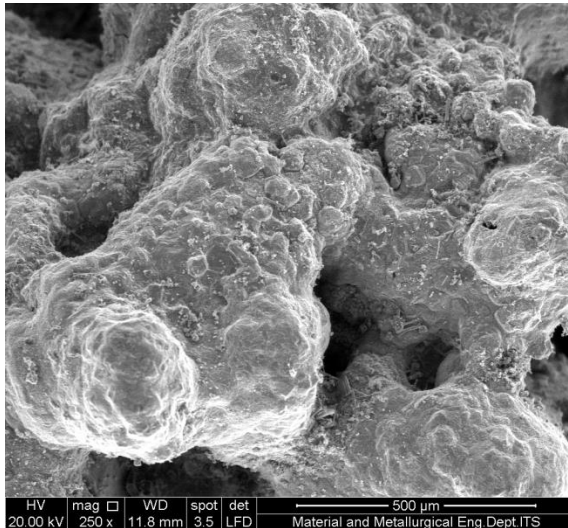
## G. Hasil Pengujian SEM

### 1. Hasil SEM Waktu Tahan 4 Jam

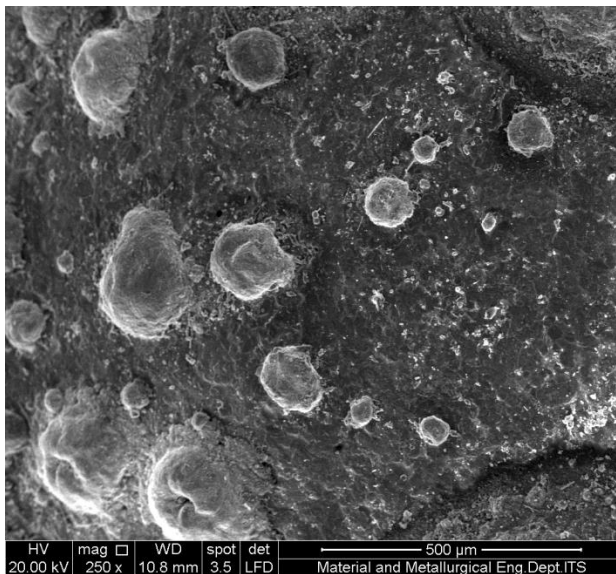




## 2. Hasil SEM Waktu Tahan 6 Jam



## 3. Hasil SEM Waktu Tahan 8 Jam





### G. Foto Dokumentasi



**Gambar** Peletakan *Crucible* dalam *Furnace* (kiri) dan Proses Reduksi Dalam *Crucible* Dalam *Crucible* (kanan)



**Gambar** Proses Aglomerasi pada Temperatur 1400 °C (kiri) dan Hasil Setelah Direduksi Dalam *Crucible* (kanan)



## **H. Gambar Hasil Reduksi**



**Gambar** Hasil reduksi 4 jam serbuk



**Gambar** Hasil reduksi 4 jam metal





**Gambar** Hasil reduksi 6 jam serbuk



**Gambar** Hasil reduksi 6 jam metal





**Gambar** Hasil reduksi 8 jam serbuk



**Gambar** Hasil reduksi 8 jam smetal



## BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Ridwan Bagus Yuwandono dilahirkan di kota Blora pada tanggal 23 Agustus 1995 dari seorang ayah bernama Sukirman dan ibu bernama Indah Ritawari. Penulis adalah putra pertama dari 4 bersaudara. Penulis menempuh pendidikan formal di SD Sonorejo III Kota Blora, lalu SMP Negeri 1 Blora, dan SMA Negeri 1 Blora. Setelah lulus dari SMA tahun 2013, penulis melanjutkan pendidikan di Jurusan

Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS.

Selain menuntut ilmu akademik, penulis juga belajar berorganisasi dengan aktif sebagai anggota Himpunan Mahasiswa Teknik Material (HMMT) sebagai staff Badan Semi Otonom Material Techno Club periode 2014-2015 kemudian sebagai bendahara Badan Semi Otonom Material Techno Club periode 2015-2016 dan Kepala Divisi Pengembangan Kaderisasi Ashabul Khafi. Selain itu penulis juga mengikuti berbagai pelatihan seperti LKKM TD dan POM. Penulis memiliki pengalaman kerja praktek di PT.Semen Indonesia pada Juli 2016 ditempatkan pada divisi Pemeliharaan Mesin *Packer* Pelabuhan dan di PT Smelting Indonesia pada Januari 2017 ditempatkan di Divisi *Refinery*. Sebagai tugas akhir, penulis mengambil bidang Metalurgi Ekstraksi pada tahun 2017.

*(Halaman Ini Sengaja Dikosongkan)*